



EGE ÜNİVERSİTESİ



DOKTORA TEZİ

**TOPRAK VE BİTKİ ANALİZLERİNİN ANALİTİK
YÖNTEMLER VE EKONOMİK AÇIDAN
KARŞILAŞTIRILMASI**

Murat TUTAM

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Eşref İRGET

Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bilim Dalı

Sunuş Tarihi: 24.12.2020

Bornova-İZMİR

2020

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

(DOKTORA TEZİ)

**TOPRAK VE BİTKİ ANALİZLERİNİN ANALİTİK
YÖNTEMLER VE EKONOMİK AÇIDAN
KARŞILAŞTIRILMASI**

Murat TUTAM

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Eşref İRGET

Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bilim Dalı

Sunuş Tarihi: 24.12.2020

Bornova-İZMİR

2020



Murat TUTAM tarafından **DOKTORA** tezi olarak sunulan “**TOPRAK VE BİTKİ ANALİZLERİNİN ANALİTİK YÖNTEMLER VE EKONOMİK AÇIDAN KARŞILAŞTIRILMASI**” başlıklı bu çalışma E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi 'nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 24.12.2020 tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oyçokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri:

İmza

Jüri Başkanı: Prof. Dr. M. Eşref İRGET

.....

Raportör Üye: Prof. Dr. Şenay AYDIN

.....

Üye: Prof. Dr. Nuri NAKİBOĞLU

.....

Üye: Prof. Dr. Sait ENGİNDENİZ

.....

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Bülent YAĞMUR

.....



EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

EÜ Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin ilgili hükümleri uyarınca Doktora Tezi olarak sunduğum “**TOPRAK VE BİTKİ ANALİZLERİNİN ANALİTİK YÖNTEMLER VE EKONOMİK AÇIDAN KARŞILAŞTIRILMASI**” başlıklı bu tezin kendi çalışmam olduğunu, sunduğum tüm sonuç, doküman, bilgi ve belgeleri bizzat ve bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara atıf yaptığımı ve bunları kaynaklar listesinde usulüne uygun olarak verdiğimi, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını, bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya diğer bir üniversitede başka bir tez çalışması içinde sunmadığımı, bu tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda bilimsel etik kurallarına uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul edeceğimi beyan ederim.

24 /12 / 2020

Murat TUTAM

ÖZET**TOPRAK VE BİTKİ ANALİZLERİNİN ANALİTİK
YÖNTEMLER VE EKONOMİK AÇIDAN
KARŞILAŞTIRILMASI****TUTAM, Murat****Doktora Tezi, Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bilim Dalı****Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Eşref İRGET****Aralık 2020, 479 sayfa**

Bu araştırma, toprak ve bitki analizlerinde kullanılan çeşitli yöntemlerin analitik ve ekonomik açıdan karşılaştırılması amacı ile yapılmıştır. Bu çerçevede, Gediz Havzasında yer alan 34 bağdan alınan 68 adet toprak ve 68 yaprak (aya ve sap) örneği materyal olarak kullanılmıştır. Araştırmada toprak analizlerinde farklı parametreler (pH, Kireç, EC, Organik C, Bünye, Toplam N, Alınabilir P, K, Ca, Mg, S, Na, Fe, Zn; Mn, Cu ve Sıcak Suda Çözünür B) için literatürde yer alan çok sayıda yöntem (örnek hazırlama ve ölçüm) uygulanmış, elde edilen veriler sonuç ve maliyet açısından karşılaştırılmıştır. Benzer şekilde bitki örneklerinde de makro ve mikro besin elementleri için bozundurma (yaş yakma ve kuru yakma) ve analitik ölçüm yöntemleri uygulanmıştır. Bu çerçevede N için 2 (Kjeldahl ve Dumas) analiz yöntemi, diğer elementlerin (P, K, Ca, Mg, Na, S, Fe, Zn, Mn, Cu ve B) analizlerinde toplamda 6 farklı bozundurma ve 4 ölçüm yöntemi (spektroskopik, alev fotometrik, AAS ve ICP-OES) kullanılmıştır. Araştırmada kullanılan tüm yöntemler için ekonomik analizler yapılmıştır.

Araştırma sonuçları, toprak ve bitki analizlerinde yer alan bir parametrenin belirlenmesinde kullanılan farklı örnek hazırlama ve ölçüm yöntemleri arasında sonuç ve maliyet açısından önemli farklılıklar olabileceğini ortaya koymaktadır.

Anahtar Sözcükler: Toprak, bitki, analiz, yöntem, maliyet, karşılaştırma



ABSTRACT**ANALYTIC AND ECONOMIC COMPARISON OF SOIL AND
PLANT ANALYSIS METHODS****TUTAM, Murat****PhD. Thesis, Department of Soil Science and Plant Nutrition****Supervisor: Assoc. Prof. Dr. M. Eşref İRGET****December 2020, 479 pages**

The aim of this current study was to make an analytical and economical comparison of different chemical soil and plant analysis methods. For this purpose, 68 soil and plant (leaf blade and petiole) were taken from 34 vineyards in Gediz Basin- Turkey. In this regard, different soil properties (pH, CaCO₃, EC, organic C, texture, total N, available P, K, Ca, Mg, Na, S, Fe, Zn, Mn, Cu and hot water extractable B) were tested with several methods cited in literature with respect to preparation/extraction and quantification. Similarly, leaves were also examined for their macro and micro plant nutrients. In this context, 2 methods (Kjeldahl and Dumas) were used for N and 6 destruction (wet digestion and dry ashing) and totally 4 quantification methods (spectrophotometric, flame photometric, AAS and ICP-OES) were used for other plant nutrients/elements (P, K, Ca, Mg, Na, S, Fe, Zn, Mn, Cu and B). Economic analysis were performed for used methods.

Results revealed that different sample preparation and quantification techniques/methods use in soil and plant analysis ended in different results with different costs.

Key Words: Soil, plant, analysis, methods, cost, comparison



TEŞEKKÜR

Bu çalışma süresince bana her türlü desteği sağlayan Hocam Prof. Dr. M. Eşref İRGET'e, Prof. Dr. Şenay AYDIN'a, Dr. Öğr. Üyesi Bülent YAĞMUR'a ve Doç. Dr. Ali Rıza ONGUN'a teşekkür ederim.

Eşime şükranlarımla.



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	vii
ABSTRACT	ix
TEŞEKKÜR	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xxi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xxxxiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETLERİ	7
2.1. Toprak ve Bitki Analizlerinin Tarihçesi	7
2.2. Toprak Analizlerinin Felsefesi	10
2.3. Toprak ve Bitki Analizlerinde Kullanılan Yöntemler	11
2.3.1. Toprak Analiz Yöntemleri	12
2.3.1.1. pH	15
2.3.1.2. Elektriksel İletkenlik	19
2.3.1.3. Kireç	22
2.3.1.4. Toprak Organik Maddesi	24
2.3.1.5. Toprakta KDK Analizi	33

İÇİNDEKİLER (devam)Sayfa

2.3.1.6. Bünye (Tekstür) Analizi.....	36
2.3.1.7. Toplam ve Mineral Azot (N)	37
2.3.1.8. Alınabilir Fosfor (P) Analizleri.....	48
2.3.1.9. Alınabilir Potasyum (K), Kalsiyum (Ca), Magnezyum (Mg) ve Sodyum (Na) Analizleri	55
2.3.1.9.1. Alınabilir Potasyum (K).....	55
2.3.1.9.2. Alınabilir Kalsiyum (Ca) ve Magnezyum (Mg)	60
2.3.1.9.3. Alınabilir Sodyum (Na)	63
2.3.1.9.4. Alınabilir Kükürt (S).....	64
2.3.1.10. Alınabilir Mikro Elementler (Fe, Cu, Zn, Mn, B).....	70
2.3.1.10.1. Alınabilir Demir (Fe)	70
2.3.1.10.2. Alınabilir Bakır (Cu).....	75
2.3.1.10.3. Alınabilir Çinko (Zn)	78
2.3.1.10.4. Alınabilir Mangan (Mn).....	82
2.3.1.10.5. Alınabilir Bor (B).....	85
2.3.2. Bitki Analiz Yöntemleri.....	88
2.3.2.1. Tarihçe	88

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

2.3.2.2. Toplam Azot (N).....	89
2.3.2.3. Diğer Bitki besin Elementleri (P, K, Ca, Mg, S, Na, Fe, Cu, Zn, Mn, B).....	94
2.3.2.3.1. Bozundurma.....	94
2.3.2.3.2. Nicel Ölçüm (Quantification).....	101
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	114
3.1. Materyal.....	114
3.1.1 Araştırma/Örnekleme Alanı ile İlgili Bilgiler.....	114
3.1.1.1.Çoğrafik Konum	114
3.1.1.2.Örnekleme Alanının İklim Özellikleri.....	114
3.1.1.3.Bağ Alanlarına İlişkin Genel Bilgiler	115
3.1.1.4. Örnekleme Yapılan Bağlara İlişkin Genel Bilgiler	115
3.2. Yöntem	117
3.2.1. Toprak Analizleri.....	117
3.2.1.1. Toprak Örneklerinin Alınması ve Analize Hazırlanması	117
3.2.2. Toprak Analizlerinde Kullanılan Yöntemler	118
3.2.2.1. pH ve EC Analizleri.....	118
3.2.2.2. Kireç (CaCO ₃) Analizleri	118

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

3.2.2.3. Toplam Organik Karbon Analizleri	119
3.2.2.3. Tekstür (Bünye) Analizleri	119
3.2.2.4. Azot (N, NO ₃ -N ve NH ₄ -N)	119
3.2.2.4.1. Toplam Azot (N) Analizleri	119
3.2.2.4.2. Mineral N (NO ₃ -N ve NH ₄ -N) Analizleri	119
3.2.2.5. Katyon Değişim Kapasitesi (KDK) Analizleri	120
3.2.2.6. Alınabilir Besin Elementlerinin Analizi	121
3.2.2.6.1. Alınabilir Fosfor (P)	121
3.2.2.6.2. Alınabilir Potasyum (K)	121
3.2.2.6.3. Alınabilir Kalsiyum (Ca)	121
3.2.2.6.4. Alınabilir Magnezyum (Mg)	122
3.2.2.6.5. Alınabilir Sodyum (Na)	122
3.2.2.6.6. Alınabilir Kükürt (SO ₄ -S)	122
3.2.2.6.7. Alınabilir Fe, Cu, Zn, Mn	122
3.2.2.6.1. Alınabilir Bor (B)	122
3.3. Bitki Analizler	125
3.3.1 Bitki Örneklerinin Alınması ve Analize Hazırlanması	125

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

3.3.2 Bitki Analizlerinde Kullanılan Yöntemler.....	125
3.3.2.1. Toplam N	125
3.3.2.2. Diğer Makro (P, K, Ca, Mg, S, Na) ve Mikro (Fe, Cu, Zn, Mn, B) Analizleri	126
3.3.2.2.1. Bozundurma.....	126
3.3.2.2.2. Ölçüm	127
3.4. Analizlerin Kalite Kontrolü (QC).....	128
3.5. Analiz Maliyetlerinin Hesaplanması	129
3.6. İstatistiki Değerlendirme	131
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	132
4.1. Toprakta Fiziksel ve Kimyasal Analizler	132
4.1.1. pH	132
4.1.2. EC	141
4.1.3. %CaCO ₃	150
4.1.4. %TOC	158
4.1.5. Tekstür (Bünye)	168
4.1.6. Toplam Azot (TN)	173

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

4.1.7. NO ₃ -N	179
4.1.8. NH ₄ -N	186
4.1.9. KDK	193
4.1.1. pH.....	45
4.2. Toprakta Yarayırlı Bitki Besin Elementi Analizleri ve TAM Miktarları ...	200
4.2.1. Yarayırlı Bitki Besin Elementlerinin Analiz Sonuçlarının Karşılaştırması (Yöntem-Metot)	200
4.2.1.1. Yarayırlı Fosfor (P).....	200
4.2.1.2. Yarayırlı Sodyum (Na)	211
4.2.1.3. Yarayırlı Potasyum (K).....	219
4.2.1.4. Yarayırlı Kalsiyum (Ca)	231
4.2.1.5. Yarayırlı Magnezyum (Mg).....	237
4.2.1.6. Yarayırlı Demir (Fe)	242
4.2.1.7. Yarayırlı Bakır (Cu).....	248
4.2.1.8. Yarayırlı Çinko (Zn)	254
4.2.1.9. Yarayırlı Mangan (Mn).....	260

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

4.2.2. Toprakta Yarayışlı Element Analiz Maliyetlerinin Karşılaştırması (Yöntem-Metot).....	265
4.2.3. Yarayışlı Bor (B) ve Kükürt (S) Analizleri	274
4.2.3.1. Yarayışlı Bor (B)	274
4.2.3.2. Yarayışlı Kükürt (S)	277
4.3. Bitki Örneklerinin Analizi	286
4.3.1. Yaprak Ayası ve Sapı Makro ve Mikro Besin Elementi Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması	286
4.3.1.1. Toplam Azot (N).....	286
4.3.1.2. Fosfor (P)	289
4.3.1.3. Sodyum (Na).....	295
4.3.1.4. Potasyum (K)	301
4.3.1.5. Kalsiyum (Ca).....	306
4.3.1.6. Magnezyum (Mg)	311
4.3.1.7. Demir (Fe)	317
4.3.1.8. Bakır (Cu)	322
4.3.1.9. Çinko (Zn)	327
4.3.1.10. Mangan (Mn).....	333

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

4.3.1.11. Bor (B)	338
4.3.1.12. Kükürt (S)	346
4.3.2. Bitki Örneklerinin Makro ve Mikro Bitki Besin Elementi Analiz Maliyetlerinin Karşılaştırılması	351
4.3.2.1. N.....	351
4.3.2.2. Bitki Örneklerinde Toplam ve Ekstrakte Edilebilir Makro ve Mikro Bitki Besin Elementlerinin Tayini	354
4.4. Toprak ve Bitki Analizleri Öncesinde Kullanılan Kurutma Yöntemlerinin Uygulama Maliyetleri Bakımından Karşılaştırılması	368
4.4.1. Toprak Örneklerinin Analize Hazır Hale Getirilmesi.....	368
4.4.2. Bitki Örneklerinin Analize Hazır Hale Getirilmesi	370
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	372
KAYNAKLAR DİZİNİ	375
EK ÇİZELGE 1.....	437
EK ÇİZELGE 2.....	471
ÖZGEÇMİŞ	479

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.1. Örnekleme yapılan alanların konumları	114
3.2. Örnekleme yapılan bağlardan bir görünüm (Ocak-2003).....	116
3.2. Örnekleme yapılan bağlardan bir görünüm (Mayıs-2003)	24
3.3. Toprak örneklerinin alınması.....	118
3.4. Yaprak örneklerinin alınması (Mayıs-2003)	125
4.1. pH_{sat} değerlerine göre $\% \Delta pH$	133
4.2. EC_{sat} değerlerine göre $\% \Delta EC$	35
4.3. $CaCO_{3s}$ değerlerine göre $\% \Delta CaCO_{3s}$	150
4.4. TOC_{dumas} değerlerine göre $\% \Delta TOC_{dumas}$	158
4.5. TN_{dumas} değerlerine göre $\% \Delta TN_{dumas}$	174
4.6. NO_3-N_{KCl} değerlerine göre $\% \Delta NO_3-N_{KCl}$	179
4.7. NH_4-N_{KCl} değerlerine göre $\% \Delta NH_4-N_{KCl}$	187
4.8. KDK_{NH_4-c} değerlerine göre $\% \Delta KDK_{NH_4-c}$	194
4.9. $P_{Bingham}$ değerlerine göre $\% \Delta P$	201
4.10. Na_{NH_4OAc} değerlerine göre $\% \Delta Na$	212
4.11. K_{NH_4OAc} değerlerine göre $\% \Delta K$	220
4.12. Ca_{NH_4OAc} değerlerine göre $\% \Delta Ca$	232

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.13. Mg_{NH_4OAc} değerlerine göre $\% \Delta Mg$	238
4.14. Fe_{DTPA} değerlerine göre $\% \Delta Fe$	242
4.15. Cu_{DTPA} değerlerine göre $\% \Delta Cu$	232
4.16. Zn_{DTPA} değerlerine göre $\% \Delta Zn$	232
4.17. Mn_{DTPA} değerlerine göre $\% \Delta Mn$	260
4.18. S_{NH_4OAc} değerlerine göre $\% \Delta S$	278



ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Kantitatif analiz tekniklerinin uygunluk ve uygulanabilirlik bakımından karşılaştırılması (Anonim, 2000)	4
2.1. Toprak analizlerinde tarihsel gelişim sürecindeki önemli gelişmeler (Allen et al., 1994)	7
2.3. Toprak Analizlerinde kullanılan bazı universal ekstraksiyon yöntemleri (Jones, 1990; Jones, 1998).	12
2.4 Toprak analizlerinde yaygın olarak kullanılan analiz yöntemleri (Rashid, 1997)	13
2.5. Avrupa’da yaygın olarak kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemleri (Schilling, 2000)	14
2.6. Toprakta mikro besin elementi analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Garcia et al., 1997)	14
2.7. ABD’nin Orta Atlantik Bölgesinde kullanılan başlıca toprak testi yöntemleri (Gartley et al., 2002)	15
2.8. Toprakta EC ölçümlerine kullanılan bazı yöntemler ile Satürasyon Macunu EC ölçümleri arasındaki ilişkiler (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).	20
2.9. Toprakta organik-C belirlemede kullanılan yöntemlerinin metodoloji açısından karşılaştırılması (Nelson and Sommers, 1996)	25
2.10. Toprak organik madde içeriğinin yanma kaybı yöntemiyle bulunan değerleri arasındaki ilişkiler (Nelson and Sommers, 1996).	29
2.11. Topraklarda inorganik N formlarının belirlenmesinde kullanılan metotlar arasındaki ilişkiler (Sah, 1994).	41

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

2.12. Topraklarda inorganik N formlarının belirlenmesinde kullanılan bazı ekstraksiyon çözeltileri.	42
2.13. Bitki tarafından alınabilir P tayininde kullanılan bazı ekstraksiyon yöntemleri (Özbek, 1971).	49
2.14. Gediz Havzası Rendzina topraklarında alınabilir P miktarlarının belirlenmesinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Atalay vd., 1986).	50
2.15. Toprakta alınabilir K analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Atalay,1982; Atalay vd., 1986)	55
2.16. Toprakta alınabilir S analizlerine (örnek hazırlama, ekstraksiyon ve ölçüm) ilişkin detaylar (Bloem et al.,2002)	65
2.17. Toprakta alınabilir Fe analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Çelik, 2006).	71
2.18. Yaş yakma yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan asit ve asit karışımlarının özellikleri (Butcher and Sneddon, 1998).	96
2.19. Yaş yakma yöntemleri, kullanılan asitler, kullanım alanları ve önemli noktalar (Jones, 1984).	96
2.20. Kuru ve yaş bozundurma yöntemlerinin karşılaştırılması (Jones, 1984)	97
2.21. Bozundurma yöntemlerinin uygulanması sırasında karşılaşılan bazı sistemik hata kaynakları. (Markert,1996)	99
3.1. Örnekleme yapılan bağlara ilişkin genel bilgiler	115
3.2. Toprak ve yaprak örneklemelemlerinin gerçekleştirildiği tarihler	1173.3.
3.3. KDK analizlerinde yöntemlerinde ICP-OES cihazı ile ölçümü yapılan elementler	121

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

3.4. Alınabilir besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılan yöntemler ve bu yöntemler ile belirlenen besin elementi/elementleri	123
3.5. Alınabilir Besin Elementlerinin Ekstraksiyonunda Kullanılan Yöntemler.	124
3.6. Bitki örneklerinin (yaprak ayası) ekstraksiyonun da kullanılan yöntemler	127
3.7. Bitki örneklerinin B içeriklerinin belirlenmesinde kullanılan nicel metotlar	128
4.1. pH analiz sonuçları.....	132
4.2. pH analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	133
4.3. Eşli-t testi sonuçları (pH)	134
4.4. pH analiz yöntemlerinin maliyetleri (10 örnek).....	138
4.5. EC analiz sonuçları ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	141
4.6. EC analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	142
4.7. Eşli-t testi sonuçları (EC).....	143
4.8. Bazı EC analiz yöntemlerinin farklı ülkelerdeki farklı toprak tiplerinde uygulanması sonucunda aralarında tespit edilen ilişkilerin durumu	146
4.9. EC analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek).....	147
4.10. pH ve EC analizlerinin birlikte yapılabilirdiği yöntemlerin TAM miktarları.....	149
4.11. CaCO_3 analiz sonuçları (%)	150
4.12. $\%\text{CaCO}_3$ analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	151

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.13. Eşli-t testi sonuçları (%CaCO ₃)	151
4.14. CaCO ₃ analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)	156
4.15. TOC analiz sonuçları (%)	158
4.16. %TOC analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	159
4.17. Eşli-t testi sonuçları (%TOC)	159
4.18. %TOC analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)	164
4.19. Tekstür (Bünye) analiz sonuçları (%).....	168
4.20. Tekstür analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	169
4.21. Eşli-t testi sonuçları (%kum, %kil ve %mil)	169
4.22. Tekstür (Bünye) analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek) ..	170
4.23. %TN analiz sonuçları (%)	173
4.24. %TN analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	174
4.25. Eşli-t testi sonuçları (%TN).....	175
4.26. %TN analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek).....	177
4.27. NO ₃ -N analiz sonuçları (mg/kg).....	179
4.28. NO ₃ -N analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	180
4.29. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [NO ₃ -N (mg/kg)].....	180
4.30. Farklı kantitatif NO ₃ -N analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	180

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.31. Farklı kantitatif NO ₃ -N analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	181
4.32. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [NO ₃ -N (mg/kg)].....	181
4.33. NO ₃ -N Ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)	183
4.34. Kantitatif NO ₃ -N belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)	183
4.35. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif NO ₃ -N belirleme metodu uygulama maliyetleri (10 örnek).....	184
4.36. NH ₄ -N analiz sonuçları (mg/kg)	186
4.37. NH ₄ -N analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	187
4.38. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [NH ₄ -N (mg/kg)].....	188
4.39. Farklı kantitatif NH ₄ -N analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg) ...	188
4.40. Farklı kantitatif NH ₄ -N analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	189
4.41. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [NH ₄ -N (mg/kg)].....	189
4.42. Kantitatif NH ₄ -N belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek).....	192
4.43. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif NH ₄ -N belirleme metodu uygulama maliyetleri (10 örnek).....	193
4.44. KDK analiz sonuçları (me/100 gr).....	193
4.45. KDK analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	195
4.46. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [KDK (me/100gr)].....	196

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.47. Ekstraksiyon yöntemlerinin maliyetleri (10 örnek).....	197
4.48. ICP-OES sistemi analiz maliyetleri (10 örnek)	198
4.49. Ekstraksiyon Yöntemi + ICP-OES metotlarının birlikte maliyetleri (10 örnek)	199
4.50. Yarayışlı P sonuçları (mg/kg).....	200
4.51. Yarayışlı P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	202
4.52. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı P (mg/kg)].....	203
4.53. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg).....	203
4.54. Farklı kantitatif yarayışlı P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	204
4.55. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı P (mg/kg)]	205
4.56. Yarayışlı Na sonuçları (mg/kg)	211
4.57. Yarayışlı Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	212
4.58. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Na (mg/kg)]	213
4.59. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	213
4.60. Farklı kantitatif yarayışlı Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	214
4.61. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Na (mg/kg)].....	215
4.62. Yarayışlı K sonuçları (mg/kg)	219
4.63. Yarayışlı K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	221

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.64. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı K (mg/kg)]	222
4.65. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	223
4.66. Farklı kantitatif yarayışlı K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	224
4.67. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı K (mg/kg)].....	224
4.68. Yarayışlı Ca sonuçları (mg/kg)	232
4.69. Yarayışlı Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	233
4.70. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Ca (mg/kg)].....	233
4.71. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg).....	234
4.72. Farklı kantitatif yarayışlı Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	235
4.73. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Ca (mg/kg)]	235
4.74. Yarayışlı Mg sonuçları (mg/kg).....	237
4.75. Yarayışlı Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	238
4.76. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mg (mg/kg)].....	239
4.77. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg).....	239
4.78. Farklı kantitatif yarayışlı Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	240
4.79. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mg (mg/kg)]	240
4.80. Yarayışlı Fe sonuçları (mg/kg).....	242

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.81. Yarayışlı Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	243
4.82. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Fe (mg/kg)]	243
4.83. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	244
4.84. Farklı kantitatif yarayışlı Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	244
4.85. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Fe (mg/kg)]	245
4.86. Yarayışlı Cu sonuçları (mg/kg).....	248
4.87. Yarayışlı Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	249
4.88. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Cu (mg/kg)].....	250
4.89. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	250
4.90. Farklı kantitatif yarayışlı Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	251
4.91. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Cu (mg/kg)].....	251
4.92. Yarayışlı Zn sonuçları (mg/kg).....	254
4.93. Yarayışlı Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	255
4.94. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Zn (mg/kg)]	255
4.95. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg).....	256
4.96. Farklı kantitatif yarayışlı Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	257
4.97. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Zn (mg/kg)]	257

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.98. Yarayışlı Mn sonuçları (mg/kg)	260
4.99. Yarayışlı Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	261
4.100. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mn (mg/kg)]	261
4.101. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	262
4.102. Farklı kantitatif yarayışlı Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	263
4.103. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mn (mg/kg)]	263
4.104. Toprak ekstraksiyon çözeltileri ve belirlenebilen yarayışlı bitki besin elementleri.....	265
4.105. Yarayışlı bitki besin elementlerinin kantitatif yolla belirlenmesinde kullanılan metotlar	266
4.106. Enstrümantal analiz metotların maliyetleri (TL / 10 örnek)	267
4.107. 13 farklı toprak ekstraksiyon yönteminin maliyetleri (10 örnek)	269
4.108. Analit sayısına göre 13 farklı toprak ekstraksiyon yönteminin maliyetleri (10 örnek).....	270
4.109. Analit / Kantitatif enstrümantal analiz metot kombinasyonları	271
4.110. Ekstraksiyon yöntemi / Enstrümantal analiz metodu Σ TAM miktarları (10 örnek)	272
4.111. Yarayışlı B sonuçları (mg/kg)	274
4.112. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg).....	274

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.113. Farklı kantitatif yarayırlı B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	275
4.114. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı B (mg/kg)].....	275
4.115. B _{SSEks} yönteminin uygulama maliyeti (10 örnek).....	276
4.116. Kantitatif B belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek).....	276
4.117. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif B tayin metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)	277
4.118. Yarayırlı S sonuçları (mg/kg)	277
4.119. Yarayırlı S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	278
4.120. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı S (mg/kg)]	279
4.121. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)	279
4.122. Farklı kantitatif yarayırlı S analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler	280
4.123. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı S (mg/kg)]	240
4.124. Yarayırlı S ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek).....	283
4.125. Kantitatif S belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)	284
4.126. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif S tayin metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)	285
4.127. Yaprak ayası N içerikleri (%)	286
4.128. Yaprak Sapı N içerikleri (%)	286

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.129. Yaprak ayası N sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	287
4.130. Yaprak sapı N sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	287
4.131. Eşli-t testi sonuçları (Aya-N)	287
4.132. Eşli-t testi sonuçları (Sap-N)	288
4.133. Yaprak ayası P içerikleri (%)	289
4.134. Yaprak ayası P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	290
4.135. Eşli-t testi sonuçları (Aya-P)	290
4.136. Yaprak Sapı P içerikleri (%)	290
4.137. Yaprak sapı P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	291
4.138. Eşli-t testi sonuçları (Sap-P)	291
4.139. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-P / %)	292
4.140. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-P / %)	293
4.141. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	294
4.142. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	294
4.143. Eşli-t testi sonuçları (Aya-P ve Sap-P)	295
4.144. Yaprak ayası Na içerikleri (mg/kg)	295
4.145. Yaprak ayası Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	296

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.146. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Na)	296
4.147. Yaprak Sapı Na içerikleri (mg/kg)	297
4.148. Yaprak sapı Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	297
4.149. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Na)	298
4.150. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Na/mg/kg)	298
4.151. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Na/mg/kg)	299
4.152. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	299
4.153. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	300
4.154. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Na ve Sap-Na)	300
4.155. Yaprak ayası K içerikleri (%)	301
4.156. Yaprak ayası K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	302
4.157. Eşli-t testi sonuçları (Aya-K)	302
4.158. Yaprak Sapı K içerikleri (%)	302
4.159. Yaprak sapı K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	303
4.160. Eşli-t testi sonuçları (Sap-K)	303
4.161. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-K / %)	304

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.162. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-K / %)	304
4.163. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	305
4.164. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	305
4.165. Eşli-t testi sonuçları (Aya-K ve Sap-K)	306
4.166. Yaprak ayası Ca içerikleri (%).....	306
4.167. Yaprak ayası Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	307
4.168. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Ca).....	307
4.169. Yaprak Sapı Ca içerikleri (%).....	308
4.170. Yaprak sapı Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	308
4.171. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Ca)	309
4.172. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Ca / %) 309	
4.173. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Ca / %). 310	
4.174. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	310
4.175. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	311
4.176. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Ca ve Sap-Ca)	311
4.177. Yaprak ayası Mg içerikleri (%).....	312

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.178. Yaprak ayası Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	313
4.179. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mg)	313
4.180. Yaprak Sapı Mg içerikleri (%)	313
4.181. Yaprak sapı Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	314
4.182. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Mg).....	314
4.183. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Mg / %).....	315
4.184. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Mg / %).....	315
4.185. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	316
4.186. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	316
4.187. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mg ve Sap-Mg)	317
4.188. Yaprak ayası Fe içerikleri (mg/kg)	317
4.189. Yaprak ayası Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	318
4.190. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Fe).....	318
4.191. Yaprak Sapı Fe içerikleri (mg/kg)	318
4.192. Yaprak sapı Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	319
4.193. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Fe)	319
4.194. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Fe / mg/kg)	320

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.195. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Fe / mg/kg)	320
4.196. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	321
4.197. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	321
4.198. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Fe ve Sap-Fe)	322
4.199. Yaprak ayası Cu içerikleri (mg/kg).....	322
4.200. Yaprak ayası Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	323
4.201. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Cu)	323
4.202. Yaprak Sapı Cu içerikleri (mg/kg).....	324
4.203. Yaprak sapı Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	324
4.204. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Cu)	325
4.205. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Cu / mg/kg)	325
4.206. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Cu / mg/kg)	326
4.207. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	326
4.208. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	327
4.209. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Cu ve Sap-Cu).....	327

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.210. Yaprak ayası Zn içerikleri (mg/kg).....	328
4.211. Yaprak ayası Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	328
4.212. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Zn)	329
4.213. Yaprak Sapı Zn içerikleri (mg/kg).....	329
4.214. Yaprak sapı Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	330
4.215. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Zn)	330
4.216. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Zn / mg/kg)	330
4.217. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Zn / mg/kg)	331
4.218. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	332
4.219. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	332
4.220. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Zn ve Sap-Zn).....	332
4.221. Yaprak ayası Mn içerikleri (mg/kg)	333
4.222. Yaprak ayası Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	334
4.223. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mn)	334
4.224. Yaprak Sapı Mn içerikleri (mg/kg).....	334
4.225. Yaprak sapı Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	335

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.226. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Mn)	335
4.227. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Mn / mg/kg)	336
4.228. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Mn / mg/kg)	336
4.229. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	337
4.230. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	337
4.231. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mn ve Sap-Mn).....	338
4.232. Yaprak ayası B içerikleri (mg/kg).....	338
4.233. Yaprak ayası B sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	339
4.234. Eşli-t testi sonuçları (Aya-B)	339
4.235. Yaprak sapı B içerikleri (mg/kg)	339
4.236. Yaprak sapı B sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	340
4.237. Eşli-t testi sonuçları (Sap-B)	341
4.238. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-B / mg/kg)	342
4.239. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-B / mg/kg)	342
4.240. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	343

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

4.241. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	344
4.242. Eşli-t testi sonuçları (Aya-B ve Sap-B)	345
4.243. Yaprak ayası S içerikleri (mg/kg).....	346
4.244. Yaprak ayası S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler	346
4.245. Eşli-t testi sonuçları (Aya-S)	347
4.246. Yaprak sapı S içerikleri (mg/kg).....	347
4.247. Yaprak sapı S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler.....	348
4.248. Eşli-t testi sonuçları (Sap-S)	348
4.249. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-S / mg/kg)	348
4.250. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-S / mg/kg)	349
4.251. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)	349
4.252. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)	350
4.253. Eşli-t testi sonuçları (Aya-S ve Sap-S)	350
4.254. Bitki numunelerinde toplam N belirlemeleri için kullanılan kantitatif N belirleme metotlarının uygulanması sırasında harcanan süreler ile gerçekleştirilen iş ve işlemlerin maliyetleri.....	352
4.255. Bitki numunelerinde bitki besin elementlerinin belirlenebilmesi için uygulanan yakma ve ekstraksiyon yöntemleri.....	356

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

- 4.256. Yaş, kuru ve ekstraksiyon yöntemleri ile çözelti haline getirilen bitki örneklerinde uygulanan yöntemlere bağlı olarak belirlenen elementler 356
- 4.257. Bitki örneklerinin yakılması ve ekstraksiyonu sonucunda elde edilen çözeltilerde Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn elementlerinin kantitatif belirlenmesi sırasında uygulanan nicel belirleme metotlarının kullanım durumu 357
- 4.258. Bitki örneklerinin farklı yöntemler ile bozundurulması ve ekstraksiyonu sonucunda elde edilen çözeltilerde P, B ve S elementlerinin kantitatif belirlenmesi sırasında uygulanan nicel belirleme metotlarının kullanım durumu..... 358
- 4.259. 6 farklı yakma yöntemi ile 3 farklı bitki ekstraksiyon yönteminin gerçekleştirilmesinde uygulanan yöntemler için gerçekleştirilen iş ve işlemlerin maliyetleri 359
- 4.260 Bitki örneklerinin içerdiği bitki besin elementleri miktarının nicel olarak belirlenmesi sırasında uygulanan metotların gerçekleştirilmesi için gerçekleştirilmiş olan iş ve işlemlerin maliyetleri 359
- 4.261. Bitki örneklerinde yakma/ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde 1 adet bitki besin elementi miktarının kantitatif metotla belirlenmesi durumundaki oluşan ortalama toplam analiz maliyetleri 360
- 4.262. Bitki numunelerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde belirlenebilen element adedine göre hesaplandığında oluşan birim ortalama toplam analiz maliyetleri. 361
- 4.263. Bitki örneklerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemleri sonrasında elde edilen çözeltilerde bitki besin elementlerinin belirlenmesine yönelik olarak oluşturulabilecek olası nicel analiz metodu eşleşmeleri 362
- 4.264. Örnek çözeltilerinde kantitatif olarak belirlenmek istenen element sayısına göre kantitatif analiz metotlarının ortalama toplam analiz maliyetleri 363

- 4.265. Çözelti içerisinde en fazla adette bitki besin elementinin nicel olarak belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilebilecek olası yakma yöntemi ve nicel element belirleme metodu eşleşmeleri ve maliyetleri 365
- 4.266. Çözelti içerisinde en fazla adette bitki besin elementinin nicel olarak belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilebilecek olası yakma yöntemi ve nicel element belirleme metodu eşleşmeleri ve maliyetleri 367
- 4.267. 2 farklı toprak örneği kurutma yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilen iş ve işlemlere ait maliyetler (10 örnek).....369
- 4.268. İki farklı bitki örneği kurutma yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilen iş ve işlemler ile birlikte harcanan girdi maliyetleri 371

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry
AAS	Atomik Absorbsiyon Spektrometresi
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
MGM	Meteoroloji Genel Müdürlüğü
TOC	Total Organic Carbon
TN	Toplam Azot
QC	Quality Control
DTPA	Dietilen triamin pentaasetik asit
EDTA	Etilen diamin tetraasetik asit
TAE	Trietanol amin
AaS	Ortalama aktif analiz süresi
İM	Ortalama işçilik maliyeti
KMM	Ortalama kimyasal malzeme maliyeti
AM	Ortalama amortisman maliyeti
EM	Ortalama enerji maliyeti
TAM	Ortalama toplam analiz maliyeti

1. GİRİŞ

Toprak ve bitki analizleri, toprak bilimi (toprak genetiği, toprağın fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri, toprak etüd ve haritalama, toprak amenajmanı, toprak kirliliği, toprak ıslahı vb.), Bitki Besleme ve Toprak Verimliliği (toprak verimliliği, verimlilik analizleri, bitki biyokimyası ve fizyolojisi, ağır metal birikimi vb.) alanında geniş bir spektrumda kullanılan temel enstrümanlardan biridir (İrget vd. 2009). Toprak ve bitki analizleri aynı zamanda tarımsal üretimde karar vericilerin kararlarına doğrudan etkili olan ve yön veren faktörlerin başında gelmektedir (Jones (2001). Nitekim Kacar (2009)'da bitki yetiştiriciliğinde, bitki ve toprak analizleri ile bulunan verilerin toprak amenajmanı ve üretim planlamasında kullanılması ve buna bağlı olarak gerekli müdahalelerin yapılmasının önemine değinmektedir.

Houba et al. (1994), toprak ve bitki analizlerinin yalnızca tarımsal ürünlerin verim ve kalitesinin yükseltilmesi için değil aynı zamanda ekolojik ve çevresel açıdan tarımsal faaliyetlerin oluşturabileceği olası risklerinde takip edilmesi ve bu risklere bağlı sorunların meydana gelmeden önlenmesi içinde bir araç olarak kullanılmaya başlandığını belirtmektedirler.

Peck and Soltanpour (1990), toprak analizleri terimi için dar anlamda toprakların alınabilir bitki besin elementi sağlama potansiyeli ile birlikte tuzluluk, alkalilik ve toksik element durumlarının belirlenmesi için kullanılabilen hızlı yöntemler olduğu, geniş anlamda ise toprak analizlerinin yöntem seçimi, örnekleme, kimyasal analiz, elde edilen sonuçların değerlendirilmesi ve sonuç olarak amenajman sisteminin düzenlenmesini ve programlanmasını içeren bir programın parçası olduğunu belirtmektedir.

Toprak analizleri toprak verimliliği kadar, toprak-bitki ilişkilerinin irdelenmesi açısından da önem taşımaktadır. Toprak analizleri aynı zamanda arazi amenajman planlanması yapılmasında kullanılmaktadır. Bu bağlamda eskiden olduğu gibi araziyi temsilen alınan bir veya birkaç örnek yerine, günümüzde büyük alanlar için site spesifik (yersel) analizlere yer verilmektedir.

Toprak verimliliği ve bitki besleme alanındaki gelişmelere paralel olarak süreç içerisinde toprak ve bitki analizlerinde kullanılmak üzere çok sayıda yöntem ve ölçüm metodunun geliştirilmiş olduğu görülmektedir (Sparks et al., 1996; Jones, 2001; Hoffmann, 1991; Schlichting and Blume, 1966; Kacar, 1995; Kacar ve İnal,

2009; Sikora and Moore, 2014; Richards et al., 1954; Alban and Kellogg, 1959; Jackson, 1958).

1800'lü yıllardan, 1950'li yıllara kadar (gravimetrik ve volümetrik) analizlerle yapılan toprak analizleri, 1950 yıllardan sonra enstrümantal analizlere (elektro analitik, spektroskopik ve kromatografik) yerini bırakmıştır. Bu bağlamda analizlerde kullanılan örnek hazırlama ve ölçüm tekniklerinde de önemli değişimler olmuştur. 1950 yılların sonuna kadar olan süreçte, tek bir besin elementi için uygun analiz metodu geliştirilmesi/ bulunması temel amaçtı. Bu gelişim süreci içerisinde bir bölge veya toprak grubu için çok ideal gibi görünen bir analiz yönteminin bir diğer bölge veya toprak grubu için uygun olmadığı da görülmüştür. Bu nedenle bir bölge için uygun tayin yöntemi/yöntemlerinin seçimi ile ilgili çalışmaların hem dünyada ve hem ülkemizde (1950-1980) ve belli bir periyotta temel çalışma alanı olduğu izlenmektedir (Özbek, 1953; Kacar, 1964; Zabunoğlu, 1967; Çelebi, 1967; Güner, 1968; Ögüş, 1972). Bu periyotta aynı parametre için farklı laboratuvarlarda farklı yöntemlerin kullanıldığı izlenmektedir. Bir bölge için en uygun yöntemin seçiminde; verim, incelenen elementin bitkideki konsantrasyonu ve bitkinin topraktan kaldırdığı/sömürdüğü toplam miktar ile en yüksek/güvenilir ilişkiyi veren fraksiyon ve dolayısı ile bu fraksiyonu belirlemede kullanılan yöntemin/yöntemlerin en uygun oldukları kabul edilmektedir. Bu bağlamda laboratuvarların bir parametre için kullandıkları tayin yöntemin daha çok o laboratuvarın altyapı alet ve ekipman zenginliği ile şekillendiği izlenmektedir.

1950'li yıllardan sonra tek besin elementi yerine, evrensel bir multi element analiz yöntemi geliştirilmesine yönelik çalışmalar ön plana çıkmıştır. Ancak bu konudaki yoğun gayrete rağmen tüm toprak tipleri için geçerli olabilecek, genel kabul görmüş universal bir yöntemin (ekstraksiyon) henüz bulunamadığı görülmektedir. Evrensel bir yöntemin geliştirilmesi için çalışmalar ve çabalar günümüzde devam etmektedir.

Toprak verimliliğinde, topraktaki besin elementlerinin toplam miktarı, çoğunlukla potansiyeli belirtmekten öteye bir anlam ifade etmemektedir. Bu çerçevede baz alınan kavram yarayışlılık/alınabilirliktir. Yani toprakta bulunan besin elementlerinin, bitkiler tarafından yararlanabilir/alınabilir kısmı önemlidir. Toprakların alınabilir besin elementi içeriği de fraksiyonize (örneğin P için: suda çözünür, asitte çözünür, alkalide çözünür vb.) edilebilmektedir.

Bir parametrenin farklı yöntemlerle tayini ile elde edilecek sonuçların farklılığının bilinmesi, gerektiğinde bunların birbirine transformasyonu ve son aşamada yorumlanması pratik açıdan son derece önem taşımaktadır. Aynı zamanda analiz maliyeti önemlidir. Literatür taramaları toprak ve bitki analiz yöntemlerin maliyet açısından karşılaştırıldığı çalışmaların yok denecek kadar az olduğunu göstermektedir.

Bitki analizlerinde 1950'li yılların sonuna kadar örnek hazırlama (kuru yakma ve klasik yaş yakma) ve ölçüm tekniğinde (gravimetrik, titrimetrik ve spektrofotometrik) sınırlı sayıda teknik bulunmakta iken özellikle Atomik Absorbsiyon spektrofotometrenin bulunması ile yeni bir dönem başladı. Günümüzde bu alanda baş döndürücü ve neredeyse takibi zor olan hızlı gelişmeler olmaktadır. Bu gelişmelere ve laboratuvarların alt yapılarına bağlı olarak dünyanın farklı ülkelerinde ve hatta aynı ülkenin farklı bölgelerindeki her bir laboratuvar tek/aynı parametre için çok farklı yöntem kullanabilmektedir.

Kantitatif analizlerde yöntem seçiminin temel ilkelerine ilişkin detaylı bilgiler çok sayıda kaynakta verilmektedir. Bunlar; tayin yöntemi seçimi, doğruluk, kesinlik, duyarlılık, belirtme sınırı, saptama sınırı ve seçimliliktir (Tural, 1997). Örneğin yapısına bağlı olarak kimi koşullarda kimi aşamalar atlanabilir/bulunmayabilir.

Bir analizde yöntem seçiminin en önemli ilkelerinden biri de ekonomik faktördür. Ekonomik faktör diğer faktörler ile birlikte en örnek sayısına göre değişkenlik göstermektedir. Örnek sayısının az olduğu koşullarda, çok fazla ön hazırlık ve işlem gerektiren bir yöntemin yerine daha az ön işlem ve hazırlık gerektiren bir yöntemin seçilmesi ekonomik açıdan daha yerinde olabilir.

Bir elementin birden fazla ölçüm tekniği ile ölçülmesi alternatifi bulunduğu teknik seçiminde yukarıda sözü edilen kriterlere ilave yeni kriterler önerildiği izlenmektedir. Nitekim Jones (1984), McLaughling ve arkadaşlarına atfen enstrümantal analiz tekniklerinin tercih/seçiminde; I- Duyarlılık, II- Tekrarlanabilirlik, III- Kullanıcıların deneyimi, IV- Örnek sayısı, V- Standart örneklerin analizindeki performans, VI- Bilgisayar desteği, VII- Cihaz kullanıcısının eğitim durumu VIII- Bakım giderleri, IX- Tekniğin maliyeti ve X- Ülkeye ait düzenlemeler şeklinde kriterlerin de dikkate alınmasını önermektedir.

Jones (1984), Hislop'a atfen analiz tekniğinin seçiminde dikkate alınması gereken analitik parametrelerin ise 1- Doğruluk, 2- Tespit limiti, 3- Elementel kompozisyon-Matriks içerisindeki performansı, 4- Bir veya birden fazla element ölçümü, 5- Belirlenebilen kimyasal form, 6- Durumsal değişim ve farklılıkların belirlenmesi olarak maddelendirilebileceğini belirtmektedir.

Araştırma sonuçları, toprak ve bitki analizlerinde farklı analitik ölçüm tekniklerinin uygunluk ve uygulanabilirlik kriterlerine göre karşılaştırıldıklarında ortaya çıkan sonuçların farklılık gösterebildiğini ortaya koymaktadır (Çizelge 1.1.).

Çizelge 1.1. Kantitatif analiz tekniklerinin uygunluk ve uygulanabilirlik bakımından karşılaştırılması (Anonim, 2000).

Element/İyon	Kolorimetri	Alev fotometrik	ICP-OES	AAS	İyon Seçimli Elektrot
NO ₃ ⁻	Çok İyi	Uygulanamaz	Uygulanamaz	Uygulanamaz	İyi
NH ₄ ⁺	İyi	Uygulanamaz	Uygulanamaz	Uygulanamaz	İyi
P	Çok İyi	Uygulanamaz	Çok İyi	Uygulanamaz	Uygulanamaz
K	Zayıf	Çok İyi	Çok İyi	İyi	Uygulanamaz
Ca	İyi	Çok Düşük	Çok İyi	Çok İyi	Zayıf
Mg	Çok Düşük	Çok Düşük	Çok İyi	Çok İyi	Uygulanamaz
Na	Uygulanamaz	Çok İyi	Çok İyi	İyi	Uygulanamaz
Fe	Çok Düşük	Uygulanamaz	Çok İyi	Çok İyi	Uygulanamaz
Cu	İyi	Uygulanamaz	Çok İyi	Çok İyi	Uygulanamaz
Mn	İyi	Uygulanamaz	Çok İyi	Çok İyi	Uygulanamaz
SO ₄ ⁻²	İyi	Uygulanamaz	Uygulanamaz	Uygulanamaz	Uygulanamaz
B	İyi	Uygulanamaz	Çok İyi	Uygulanamaz	Uygulanamaz

Toprak ve bitki analizlerinde temelde iki ön işlem uygulanmaktadır. Bunlar bozundurma ve ekstraksiyon işlemleridir. Toprak analizlerinde çoğunlukla ekstraksiyon işlemleri uygulanırken, bitki analizlerinde ise çoğunlukla bozundurma uygulanmaktadır (Sparks et al., 1996; 1966; Kacar, 1995; Kacar ve İnal, 2009; Carter and Gregorich, 2006; Black et al., 1969;).

Bu aşamaları ölçüm (quantification) aşamaları izlemektedir. Ekstraksiyon veya bozundurma yönteminin seçimi örneğin özelliğinden doğrudan etkilenmektedir.

Bitki örneklerinin bozundurulmasında kullanılan yöntemlerin ise genel olarak teknolojik gelişmeler ve testlerin yapılacağı laboratuvarın altyapı ve olanakları doğrultusunda seçildiği görülmektedir.

Toprak ve bitki analizlerinde kullanılabilir durumda olan analizlere ilişkin gerçekleştirilen pek çok yöntem ve tayin yöntemi dizayn edilmiş ve bunların uygulanması sırasında uygulayıcıların uyması gereken metodoloji ayrıntılı bir şekilde birçok kaynakta yayınlanmış ve kritik noktaları ile birlikte sunulmaktadır (Alban and Kellogg, 1959; Carter and Gregorich, 2006; Horneck et al., 1989; Heilenz et al., 1970; Sparks et al. 1996, Kacar ve İnal, 2009; Günther et al., 2009; Hug, 2015; Beşergil, 2015; Skoog et al., 1996;).

Toprak ve bitki analizlerinde tayin yöntem seçimi genelde laboratuvarların alt yapıları ve bazen de gelenekselleşmiş metotlar kullanılmaktadır. Tüm yöntemler için değerlendirme kriterlerinin olmayışı da bu konuda en çok güçlük çekilen konulardan biridir. Örneğin 1:2,5 (toprak:su) oranı ile pH ölçümü yapan bir laboratuvarın literatürde bu yöntemi satürasyon çamuru ile elde edilebilecek pH değeri ile yapıldığında yaklaşık karşılığının ne olabileceğini uygun bir algoritma ile bilmesi ve dolayısıyla karşılaştırabilmesi büyük kolaylık ve yarar sağlayacaktır. Bu anlamda dış kaynaklı sonuçların yerel veri setlerine dönüştürülebilmesi ülkemize zaman ve ekonomik yönden avantajlar doğuracaktır.

Ayrıca ölçüm tekniklerindeki gelişmeler hız kesmeden devam etmekte ve pek çok yenilik peşi sıra gerçekleşmektedir. Enstrümantal analizler konusundaki baş döndürücü teknikler ve gelişmeler kullanıcıya farklı ve yeni alternatifler sunabilmektedir. Bu çerçevede klasik ölçüm teknikleri yerlerini daha modern teknikler almaktadır. Nitekim toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ve bozundurulmuş bitki örneklerinde P tayini geçmişte kolorimetrik/spektrofotometrik ölçüm tekniği ile belirlenirken günümüzde yerini ICP-OES tekniğine bırakmaya başladığı görülmektedir. Ölçüm tekniklerindeki hızlı gelişmeler mevcut ölçüm cihazlarının çok hızlı demode olmalarını da beraberinde getirmektedir. Bu durumda laboratuvarların yenilenmesi ve güncellenmesi önemli bir maliyet olarak karşımıza çıkmaktadır. Modern tekniklerde kimi aparatların çok kolay bozulması veya bir kullanımdan sonra değiştirilmesi gereği de analitik cihazlarda önemli bir problem ve masraf kaynağıdır. Bu nedenle analizlerde tayin yönteminin çok iyi optimize edilmesi gerekir.

Gartley et al. (2002), farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri ile test edilen toprakların analiz sonuçlarının çok farklı çıktığını, buna karşın değerlendirmede aynı sınıfta yer aldıklarını bildirmektedir. Toprak analizlerini gerçekleştiren laboratuvarların, 1) Müşteri ihtiyaç ve gereksinimlerine bağlı olarak, 2) Tarihsel uygulamalar doğrultusunda, 3) Laboratuvarın alet ve ekipman varlığı

doğrultusunda, 4) Analiz verimliliği ve ekonomik faktörler çerçevesinde ve 5) Bölgesel tutarlılık ve eş güdüm çerçevesindeki farklı faktörlere göre laboratuvarlar tarafından yöntemler seçilebilmekte ve aynı bölge ve alanlarda faaliyet gösteren laboratuvarlar farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri seçebilmektedir (Gartley et al., 2002).

Bu çalışma toprak verimliliği ve bitki besleme alanında literatürde yer alan ekstraksiyon yöntemlerinin ve tayin tekniklerinin sonuç ve maliyet açısından karşılaştırılması amacı ile gerçekleştirilmiştir. Bu çerçevede gerçekleştirilen bu çalışmada toprak ve bitki analizlerinde kullanılan tüm parametreler için mevcut yöntemler ve tayin usullerinin hep birlikte sonuçları yanında ve ortalama toplam analiz maliyetleri bakımından karşılaştırılmıştır.



2. LİTERATÜR ÖZETLERİ

Literatür özetleri, toprak ve bitki analizlerinin yöntemlerinin tarihçesi, toprak ve bitki analizlerinin sınıflandırılması ve bu tayinlerde yer alan her bir parametre için geçmişten günümüze kadar uygulanan tayin yöntemleri, bu tayin yöntemlerin esasları, karşılaşılan güçlükler şeklinde ayrıntıları ile verilmiştir.

2.1. Toprak ve Bitki Analizlerinin Tarihçesi:

Modern anlamda toprak analizlerinin 1800’lü yılların ortalarında başladığı ve süreç içerisinde geliştiği kabul edilmektedir (Anderson, 1960; Allen et al., 1994). Tarihsel süreç içerisinde toprak analiz yöntemlerinin gelişiminde köşe taşı niteliğindeki çalışmalar Çizelge 2.1.de verilmiştir (Allen et al., 1994).

Çizelge 2.1. Toprak analizlerinde tarihsel gelişim sürecindeki önemli gelişmeler (Allen et al., 1994).

Tarih	Yer	Olay (Gelişim)
m.s. 50	Roma	Columella toprağın asitlik ve tuzluluk durumunun tespiti için tadımı önermektedir.
1842	Almanya	Liebig, minimum yasasını açıklamıştır.
1845	İngiltere	Daubeny, toprakta bulunan aktif ve dormant besin fraksiyonları tanımlamış ve bunların karbonik asit su ile ekstraksiyonunu gerçekleştirmiştir.
1800’lerin sonları	ABD	Hilgard, HCl ile hazırladığı kuvvetli asit çözeltileri kullanmak suretiyle toprakların verimlilik durumlarını belirlemeye çalışmıştır.
1894	İngiltere	Dyer, %1’lik sitrik asit çözeltisi kullanarak toprakların P ve K içeriklerini belirlemiştir.
1909	Almanya	Mitscherlich, bitki büyümesi ve gelişimi ile bitkilerin beslenme seviyeleri arasındaki ilişkiyi ortaya koymuştur.
1900’lerin başları	ABD	Hopkins, toprakların besin elementleri açısından fakirleşmesini önleyebilmek için toprak verimlilik seviyelerinin testler ile takip edilmesi gerektiğinin önemli olduğunu bildirmiştir.
1930	ABD	Chapman ve Kelly, nötr Amonyum asetat çözeltisi kullanarak topraklardan değişebilir bazların ekstraksiyonunu sağlayan metodu geliştirmişlerdir.
1940 ve 1950’li yıllar	ABD	Bitki çeşitlerine göre ve gübre arzı ve kullanım durumu, toprak test metodlarının bir yetiştiricilik parametresi olarak kullanımına yol açmıştır.
1940-1980’li yıllar	ABD	Topraklardan tek element veya çoklu element ekstraksiyonuna imkân sağlayan pek çok metod geliştirildi.
1970’lerden günümüze	ABD	Toprak test metodlarının standardize edilmesine ve alternatif yaklaşımların oluşturulmasına çalışılmaktadır.

Toprak analizlerinin tarihi gelişimi Anderson (1960) tarafından 3 evrede incelenmektedir.

1. Evre: Bu evre 1845-1906 yılları arasını kapsamaktadır. Bu evrede modern anlamda toprak analizlerinin yapılabilmesi için başını Doubney, Liebig, Hilgard ve Dyer'in çektiği dört bilim insanının yaptığı çalışmalar ağırlıklı olarak yer almaktadır. Bu araştırmacıların hepsi toprağın verimlilik durumunu hızla tespit edebilecek metotlar bulmaya çalışmışlardır. Bu dönem içinde 1845 yılında Doubney adlı araştırmacı toprakta fazla çözünebilen besin elementlerini tanımlarken “*aktif*”, az çözünen besin elementlerini tanımlarken ise “*dormant*” terimlerini kullanmıştır. Doubney toprağın aktif fraksiyonlarını ekstrakte edebilmek için suda çözülmüş CO_2 kullanmış ama o günlerdeki teknik yetersizlikler nedeniyle sorunlar yaşamıştır. Liebig, 1872’de Rothamsted Araştırma İstasyonunda yaptığı çalışmalarda seyreltik HCl , HNO_3 ve CH_3COOH (HOAc) ile topraklarda ekstraksiyon çalışmaları yapmış ve toprakların P ve K içeriklerinin, ekstraksiyon çözeltilisinin tipine bağlı olarak değişiklik gösterdiğini saptamıştır. Aynı dönemde Hilgard, 1800’lü yılların sonunda ABD’de toprakların verimlilik durumlarının tespit edilmesinde kuvvetli HCl çözeltisi kullanarak çalışmalar gerçekleştirmiştir. Bu dönemin sonlarına doğru (1894) Dyer topraklarda P ve K elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılacak çözeltilinin kuvvetinin, bitkilerin kök kuvvetine eşdeğer olması gerektiği hipotezinden yola çıkarak, toprak örneklerinin ekstraksiyonunda %1 (w/v)’lik sitrik asit çözeltisi kullanılmasını önermiştir.

2. Evre: 1900-1925 yılları arasındaki süreyi kapsamaktadır. Bu dönemde toprak analizleri konusunda çalışmalar yürütmekte olan araştırmacılar toprağın o dönem için gizemli olan özellikleri ile bitkisel üretim ve elde edilen verim arasındaki ilişkileri ortaya çıkarmaya ve aynı zamanda bu analizlerin hızlı bir şekilde gerçekleştirilmesini amaçlamaktaydılar. Bu dönemde pek çok ülkede ve bu konularda çalışmakta olan bilim insanları tarafından toprakların kimyasal özelliklerinin ayrıntıları ve karakteristikleri ile ilgili veriler ortaya konmuştur. Bu ve buna benzer çalışmalar sonrasında elde edilen veriler toprak analizlerinin geliştirilmesinde önemli rol oynamıştır ve elde edilen sonuçlar ile bunların değerlendirilmesi hususunda yardımcı olmuştur.

Bu dönemde Mitscherlich topraktaki bitki besin elementi konsantrasyonu/düzeyi ile verim arasındaki ilişkileri ortaya koymuştur. Hopkins ise toprağın bitki besin elementi kaybının önlemenin toprağın verimlilik düzeyinin korunması ile yakından ilişkili olduğunu çalışmalarıyla ortaya koymuştur.

Neuss (1917), Renard (1804)’ın “*Von der Kenntnis des Bodens für Landwirte*” adlı eserinin A.A. Cadet de Vaux (1743-1828) tarafından yapılan çevirisini, toprağın mekanik analizlerine ilişkin ilk eser olarak tanımlamaktadır.

3. Evre: Bu evre 1925 yılından başlayıp 1950’li yıllarda sona ermektedir. Bu dönem geliştirilmiş olan toprak analiz yöntemlerinin yeni bitki tür ve çeşitleri ile denendiği çalışmaların ağırlık kazandığı bir dönemdir. Bu devre iki kategoriye ayrılmaktadır. Birinci kategoride çalışma yapan araştırmacılar, topraklarda çoklu-element (multi-element) analizleri ve bu balamda universal bir analiz yönteminin geliştirilmesi için çalışırken, ikinci kategoride çalışmaların spesifik olarak besin elementlerinin ekstraksiyonuna yönelik olduğu izlenmektedir.

Blanck et al., (1929), Cordier tarafından 1815 yılında toprakların kimyasal ve mikrobiyolojik özelliklerinin belirlenmesine yönelik çalışmalar yapıldığını ve 1800’lü yılların sonunda toprak bilimindeki gelişmelere paralel olarak toprak analizleri konusunda da önemli çalışmaların (toprakta humus; N ve nitrat) gerçekleştirildiğini bildirmektedir.

Ancak 1970’li yılların başından itibaren tek yıllık kültür bitkilerinin bitki besin elementi durumu ve buna bağlı olarak gübreleme ihtiyacının belirlenmesine yönelik olarak bitki analizlerinin önemi ve anlamı artmaya başlamıştır. Ancak burada toprak analize alternatif olması yerine toprak analizi ile elde edilen verilerin desteklenmesine ve kontrolüne katkı sağlaması yönündeki fikir ağırlık kazanmaya başlamıştır (Dinauer et al., 1968b; Finck, 1968,1979; Bergmann, 1972,1983,1988,1990,1992; Walsh and Beaton, 1973; Bergmann and Neubert, 1976; Bouma, 1983; Armstrong et al., 1984; Bergmann and Bergmann Jr., 1984a, b, 1985; Reuter and Robinson, 1986; Martin-Prevel et al., 1987).

1960’lı yılların sonu 1970’li yılların başından itibaren tek yıllık kültür bitkilerinde bitki besin elementlerinin durumunun belirlenmesine yönelik çalışmalarda azot elementinin gelişme dönemi boyunca bu yöntemle takibi öne çıkmaya başlamıştır. Burada $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarı ile bitkinin gelişimi ve azot içeriği takip edilmek suretiyle bitkinin yeterli düzeyde ve uygun zamanda azot yönünden beslenmesi kontrol edilmeye çalışılmaktadır. Bu özellikle taban gübrelemesinden sonra yapılmakta olan üst gübrelemenin adet ve miktarı yanında zamanın belirlenmesi yönüyle önem kazanmaya başlamıştır. 1980’li yıllara gelindiğinde, bitki analizi tek yıllık bitkilerin gelişme dönemlerinin takibi açısından pek çok

ülkede ve ürün için rutin bir uygulama halini almıştır (Vielemeyer et al., 1980; Wollring, 1983; Bergmann et al., 1983; Görlitz et al., 1986).

2.2. Toprak Analizlerinin Felsefesi:

Schlichting (1966), “*Toprak analizleri arazide başlar ve arazide biter.*” tanımlanması yapmaktadır.

Mengel (1991), toprak analizlerini: toprakta bulunan ve bitkilerin gelişimleri için ihtiyaç duydukları bitki besin elementlerinin miktarını ve yarayışlılık durumlarını tespit etmek için uygulanan bir kimyasal analiz prosedürü şeklinde tanımlamaktadır. Bunun gerçekleştirilmesinde en önemli zorluklardan birinin bir bitkinin tüm vejetasyon periyodu boyunca topraktan kökleri ile aldığı bitki besin elementlerinin bitkiye yarayışlı durumda olan bölümünün kantitatif olarak belirlenmesi olduğunu belirtmektedir. Bu nedenle amaca uygun ve uygulanabilir bir kimyasal analiz metodunun kalibrasyonunun çok sayıda vejetasyon denemesi ile test edilmesi gerektiğini ve çoğu zamanda tatmin edilebilir bir sonucun alınamadığını belirtmektedir.

Schilling (2000), bir kültür bitkisinin vejetasyon dönemi boyunca bir bitki besin elementine ne miktarda ihtiyaç duyduğunu belirlemeye yönelik üç farklı yöntemin (a-Tarla veya Saksı denemeleri, b- Toprak Analizleri, c- Bitki analizleri) uygulandığını belirtmektedir.

Toprak analizleri ardışık bir süreç (örnekleme, ön hazırlık, ölçüm ve değerlendirme) olarak tanımlanmakta ve içerisinde kritik aşamalar barındırdığı belirtilmektedir (İrget vd., 2009).

Toprak ekstraksiyon yöntemleri kendi arasında 2 ayrı bölüme ayrılmaktadır. Bunlar; Bitkilerin toprak ekstraksiyon aracı olarak kullanıldığı ve kimyasal çözeltilerin toprak ekstraksiyon yöntemi olarak kullanıldığı şeklinde gruplandırılmaktadır (Schilling, 2000).

Bir kimyasal toprak ekstraksiyon yönteminin prensip olarak kısa sürede bir bitkinin tüm vejetasyonu süresince topraktan kaldırdığı yarayışlı bitki besin elementi miktarını topraktan ekstrakte edebilir potansiyelde olmalıdır. Her bitki besin elementi toprakta farklı şekilde bağlı bulunduğu için tüm bitki besin elementleri için tek bir ekstraksiyon yöntemi bulunmamaktadır. Bu nedenle farklı

bitki besin elementleri ve toprak özelliklerine bağılı olarak ta deęişiklik gösteren farklı kimyasal toprak ekstraksiyon yöntemleri geliştirilmiştir (Schilling, 2000).

Kranz et al., (1948), bitki analizlerinin 4 temel amacının bulunduęunu ve bunların;

- i. Toprakların bitki besin elementleri sağlama kapasite durumlarının belirlenmesi,
- ii. Gerçekleştirilen gübreleme uygulamalarının bitkiye besin sağlama etkisinin belirlenmesi,
- iii. Bitkilerin elde edilen verim, bitkilerin içerdikleri besin elementleri durumuna göre durumları ve sonuç olarak gübre gereksiniminin belirlenmesine,
- iv. Yetiştiricilik yapılan topraklarda, bölgede veya alanda kritik bir bitki besin elementine yönelik genel taramaların yapılmasına yönelik, oluşan veya yeni ortaya iken bir sorun ve problemin nedenin belirlenmesine yönelik yapılması ve bu amaca yönelik verilerin toplanmasına yönelik olarak gerçekleştirilebileceğini bildirmişlerdir.

2.3. Toprak ve Bitki Analizlerinde Kullanılan Yöntemler:

Toprak ve bitki analizlerinde geçmişten günümüze kadar kullanılan çeşitli yöntemlere ilişkin metodoloji ve kritik noktalar çok sayıda kaynakta verilmiştir (Piper, 1942; Richards et al., 1954; Jackson, 1958; Alban and Kellogg, 1959; Schlichting and Blume, 1966).

Bu kaynak kitaplarda tüm analiz yöntemlerini bir arada görmek zordur. Kimi kaynaklarda ise ülkelere özgü tayin yöntemlerine yer verildiği izlenmektedir. Bu kaynakları da tayin yöntemlerinin sonuç ve maliyet açısından karşılaştırılmasına genelde yer verilmemektedir. Bu durum dikkate alınarak konuya ilişkin özet bilgiler alt başlıklar halinde aşağıda verilmiştir.

2.3.1. Toprak Analiz Yöntemleri:

Jones (1990), toprak ekstraksiyon çözeltilerinin iki ana grup içerisinde değerlendirilebileceğini, birinci grubun tek element ekstraksiyonu gerçekleştiren yöntemler; ikinci grubun ise “*Universal*” toprak ekstraksiyon çözeltileri olarak adlandırılabilir. *Universal* toprak ekstraksiyon gruba giren ilk yöntemin 1941 yılında Morgan tarafından önerildiğini, bunu Mehlich tarafından 1954 yılında önerilen Mehlich 1, Soltanpour tarafından 1977 yılında önerilen AB-DTPA; Wolf tarafından 1984 yılında modifiye edilen Morgan ekstraksiyon yöntemlerinin izlediğini belirtmektedir. Araştırmacı 1984’de Mehlich 3 yöntemi geliştirildiğini kaydetmektedir. (Çizelge 2.3.).

Çizelge 2.3. Toprak Analizlerinde kullanılan bazı *universal* ekstraksiyon yöntemleri (Jones, 1990; Jones, 1998).

Yöntem/Ekstraktant	Toprak Tipi	Elementler
Morgan	Tüm asit reaksiyonlu topraklar ve topraksız karışımlar	P, K, Ca, Mg, Cu, Fe, Mn, Zn, NO ₃ , NH ₄ , SO ₄ , Al, As, Hg, Pb
Morgan-Wolf	Tüm asit reaksiyonlu topraklar ve organik toprak tipleri	P, K, Ca, Mg, Cu, Fe, Mn, Zn, NO ₃ , NH ₄ , Al
Mehlich No.1	Asit reaksiyonlu kumlu bünyeli topraklar	P, K, Ca, Mg, Na, Mn, Zn
Mehlich No.3	Tüm asit reaksiyonlu topraklar ve topraksız karışımlar	P, K, Ca, Mg, Na, B, Cu, Fe, Mn, Zn
AB-DTPA	Alkali reaksiyonlu topraklar	P, K, Na, Fe, Mn, Zn, As, Cd, NO ₃

Rashid (1997), toprak analizlerinde kullanılan yöntemleri Çizelge 2.4.'de gösterildiği şekilde özetlemiştir.

Çizelge 2.4. Toprak analizlerinde yaygın olarak kullanılan analiz yöntemleri (Rashid, 1997).

Toprak Özelliği	Yöntem / Ekstraktant	Referans
pH	pH _{sat} ve pH _{1:1}	McLean, 1982
Tekstür	Hidrometre	Bouyoucos, 1962
Organik Madde	Oksidasyon	Nelson and Sommers, 1982
Kireç	Nötralizasyon	Soltanpour and Workman, 1981
EC	Kondüktometrik	Rhoades, 1982
KDK	NH ₄ OAc	Rhoades, 1982
Makro Besin Elementleri	NH ₄ OAc	Thomas, 1982
Mikro Besin Elementleri	AB-DTPA, DTPA	Soltanpour and Workman, 1979; Lindsay and Norvell, 1978
NO ₃ -N	AB-DTPA	Soltanpour and Workman, 1979
P	NaHCO ₃ , AB-DTPA	Soltanpour and Workman, 1979; Olsen et al., 1957
K	NH ₄ OAc	Thomas, 1982
SO ₄ -S	CaCl ₂	William and Steinbergs, 1959
B	Sıcak Su	Berger and Troug, 1940

Schilling (2000), Avrupa'da toprak verimliliği ve bitkilerin beslenme durumunun kontrolünde yaygın olarak kullanılan kimyasal ekstraksiyon yöntemleri Çizelge 2.5.'de özetlemiştir.

Çizelge 2.5. Avrupada yaygın olarak kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemleri (Schilling, 2000).

Bitki Besin Elementi	Ekstraksiyon Yöntemi
Azot (N)	Örnekler 1-2 N KCl veya 0,0125 M CaCl ₂ çözeltisi ile çalkalanır ve ekstraksiyon çözeltilerinde NO ₃ ⁻ -N ve NH ₄ ⁺ -N miktarları belirlenebilmektedir. Wehrmann ve Scharpf, 1979; VDLUFA yöntem kitabı, 1991.
Fosfor (P)	Çifte-laktat ; 0,02 M Ca-Laktat çözeltisi (pH=3,6). NH ₄ ⁺ -Laktat-Asetik Asit yöntemi; (AL), (0,1 M NH ₄ ⁺ -Laktat, 0,4 M CH ₃ COOH, (pH=3,70). Ca-Asetat-Laktat (CAL), Schüller, 1969, 0,05 M Ca-laktat, 0,05 M Ca-asetat, 0,3 M CH ₃ COOH, (pH=4,10). NaHCO ₃ yöntemi; 0,5 M NaHCO ₃ (pH=8,5). Anyon değişim metodu; Dowex-1X10 0,33 mm ø (Cl-Formlu). Suda çözünebilir fosfat; Hollanda'da kullanılan metot, Van Der Paauw et al., 1971. Fe oksit ile kaplanmış filtre kâğıdı yardımı ile fosfat ekstraksiyon metodu. Oksitlenmiş yüzeyler ve fosfatı çöktürme özelliği bulunan katyonların kullanılması ile gerçekleştirilen ekstraksiyon metodu, Olsen et al., 1954; Abd El Aal et al., 1977; Amer et al., 1955; Abd El Aal et al., 1977; Somasiri and Edwards, 1992; Van Der Zee et al., (1987); Alt and Peters, 1992, CAT yöntemi.
Potasyum (K)	0,0125 M CaCl ₂
Kükürt (S)	S _{min} metodu; 0,0125 M CaCl ₂ , 1 M NaCl+0,05 M CaCl ₂ , Haneklaus et al.,1995.
Magnezyum (Mg)	0,0125 M CaCl ₂ , Schachtschabel, 1954; Schilling, 1957.
Molibden (Mo)	0,275 M NH ₄ -oksalat/oksalik asit metodu, Grigg, 1953; Cheng and Ouellette, 1973; Trobisch and Schilling, 1964; Kerschberger, 1993.
Mangan (Mn)	1 N MgSO ₄ yöntemi, Beer, 1965; Schachtschabel, 1957; Scheffer and Schachtschabel, 1957.
Bakır (Cu)	0,43 M HNO ₃ metodu, 0,137 M NH ₄ -oksalat/oksalik asit metodu ve Etilen-diamin asetik asit yöntemi, Thomas, 1968; Scheffer and Schachtschabel, 1976; Kramer and Witter, 1974.
Çinko (Zn)	0,1 M HCl (asidik topraklar için), EDTA çözeltisi pH=8,6 veya DTPA çözeltisi, %2,5'lık CH ₃ COOH çözeltisi, 1 M MgCl ₂ çözeltisi, Lindsay, 1972; Trierweiler and Lindsay, 1969; Al-Mustafa et al., 1994.
Bor (B)	Sıcak su ekstraksiyon yöntemi, Berger and Truog, 1944; Thun, 1955.

Garcia et al. (1997), tarafından toprakta mikro besin elementlerinin analizi (ekstraksiyon) yaygın olarak kullanıldığı belirtilen yöntemleri Çizelge 2.6.'da verilmiştir. Araştırmacı mikro besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılan çözeltilerde EDTA veya DTPA gibi şelatlayıcı maddelerin bulunduğunu ve bunların Lindsay and Norvell (1978) tarafından önerilen DTPA-TEA, Mehlich (1984) tarafından önerilen Mehlich 3, Soltanpour and Schwab (1977) tarafından önerilen AB-DTPA yöntemlerinde de yer aldığını belirtmektedir.

Çizelge 2.6. Toprakta mikro besin elementi analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Garcia et al., 1997)

Yöntem Adı	Yöntem / Ekstraktant	Referans
DTPA	0,005 M DTPA + 0,1 M TEA + 0,02 M CaCl ₂ (pH=7,30)	Lindsay and Norvell, 1978
SS	0,005 M DTPA + 1 M NH ₄ HCO ₃ (pH=7,60)	Soltanpour and Schwab, 1977
EDTA	0,02 M EDTA (pH=8,2)	Tiraboschi et al., 1980
M3	0,001 M EDTA + 0,2 M HOAc + 0,25 M NH ₄ NO ₃ + 0,015 M NH ₄ F + 0,013 M HNO ₃	Mehlich, 1984

Gartley et al. (2002), ABD'nin doğu kıyı şeridinin ortasında bulunan alanlardaki (Orta Atlantik Bölgesi) toprakların analizinde tarımsal amaçlı kamu ve özel laboratuvarların genel olarak 5 farklı ekstraksiyon yöntemini kullanmakta olduğu bildirilmektedir (Çizelge 2.7.).

Çizelge 2.7. ABD'nin Orta Atlantik Bölgesinde kullanılan başlıca toprak testi yöntemleri (Gartley et al., 2002)

Yöntem / Ekstraktant	Referans
1 N NH ₄ OAc (pH=7,00)	Knudsen et al., 1982; Warncke and Brown, 1998
Bray P1	Bray and Kurtz, 1945; Frank et al., 1998
Mehlich 1	Mehlich, 1953; Wolf and Beegle, 1995
Mehlich 3	Mehlich, 1984; Wolf and Beegle, 1995
0,1 N HCl	Sims, 1995; Whitney, 1998

Garcia et al. (1997), tarafından bildirilen yöntemlerin sonuç açısından karşılaştırılması için de çok sayıda çalışma yapıldığı bildirilmektedir (Garcia et al., 1997; Wolworth et al., 1992; Junus and Cox, 1987; Rohman and Cox, 1988; Tiraboschi et al., 1980; Conti et al., 1982; Schilling, 2000).

2.3.1.1. pH:

Toprak pH'sı, toprak çözeltisinde iyonize olan H (H⁺) aktivitesinin ölçülmesidir (McLean, 1982). Toprakta pH ölçümleri, pH metrelerin keşfinden önce, indikatörler veya kolorimetrik olarak belirlenmekteydi. pH metrelerin devreye girmesinden sonra, konuya ilişkin çalışmaların daha çok örnek hazırlama şekli, pH ölçümlerini etkileyen faktörler üzerinde yoğunlaştığı izlenmektedir.

Toprak örneklerinin pH değerleri toprak çözeltisinde bulunan H⁺ iyonu derişiminin bir fonksiyonu olup; $pH = -\log [H^+]$ formülü yardımıyla hesaplanabilmektedir. (Schilling, 2000; Sağlam, 1994).

Toprakta bulunan H⁺ iyonlarının bir bölümü çözünmüş halde toprak çözeltisinde, bir bölümü de adsorbe edilmiş halde bulunur. Toprak çözeltisinde çözünmüş fazdaki (solum) bulunan H⁺ iyonlarına aktüel asitlik, adsorbe edilmiş+ çözünmüş haldeki H⁺ iyonlarının toplamı da toprağın potansiyel asitlik değerini meydana getirmektedir. Aktüel asitlik standart pH ölçümü ile, potansiyel asitlik ise titrimetrik olarak belirlenmektedir (Mengel, 1991).

Toprak'ta asitliğin oluşumu ve oluşum mekanizmaları çok sayıda kaynakta (Schachtschabel et al., 1984; Coulter B.S., 1969; Schwertmann and Jackson, 1963;

Ulrich, 1981; Helling et al., 1964; Barshad, 1964; Sticher and Bach, 1966) ayrıntıları olarak incelenmiştir.

Toprak örneklerinde pH ölçümleri için farklı örnek hazırlama yöntemleri kullanılmaktadır. Su ile satüre toprak çamurunda (satürasyon çamuru) ölçüm yapıldığı gibi farklı oranlarda toprak:su veya toprak:tuz çözeltileri ile hazırlanmış süspansiyonlarda da H^+ iyon konsantrasyonu, potansiyometrik bir düzende ölçülmektedir (Miller and Kissel, 2010; Sumner, 1994).

Toprak pH ölçümlerinde toprak/su(elektrolit) süspansiyon etkileşimlerinin karmaşık ve zor olduğu rapor edilmektedir. Bu bağlamda pH belirlemelerinde analitik farklılıkların birçok faktöre (toprak:su oranı; toprak çözeltisinin iyonik gücü, elektrotun türü, ölçüm sırasında elektrotun pozisyonu/duruş şekli ve ölçüm sırasında süspansiyonun karıştırılması) bağlı olarak değişebileceği bildirilmektedir (Rueter et al. 1999; Miller and Kissel, 2010; Sumner, 1994).

Hesse (1971), toprak pH ölçümlerinde, örneklerin satürasyon çamurundakine eşit miktarlarda su içermesinin önem taşıdığını bildirmektedir. Araştırmacıya göre tekrarlanabilir ve karşılaştırılabilir pH değerlerinin belirlenmesi için toprak:H₂O oranı büyük önem taşımaktadır.

pH ölçümleri sırasında H₂O yerine bir tuz çözeltilerinin kullanılması durumunda, değişim komplekslerinde (kil ve organik madde) adsorbe haldeki katyonlar ile tuz çözeltisindeki katyonların yer değiştirdiği ve bunun sonucu olarak Al, Fe ve Mn gibi asidik katyonların çözeltiye geçerek asidik bir etki oluşturduğu belirtilmektedir. Bu nedenle pH tayinlerinde, H₂O ve tuz çözeltileri arasındaki farkın, değişim yüzeylerinin asidik katyonlar ile satüre olma durumu ile ilgili olduğu belirtilmektedir (König et al., 2009).

Avrupa ülkelerinde toprakta pH ölçümleri için, süspansiyon hazırlamada çoğunlukla ağırlıklı olarak elektrolit çözeltilerin kullanıldığı, elektrolit çözeltilerinin kullanılması ile ölçüm hatasını minimize edilebileceği, ayrıca zaman (hızlı ölçüm) ve maliyet açısından da tasarruf sağladığı belirtilmektedir. (Hoffmann,1991; Schofield and Taylor, 1955; Schachtschabel, 1971).

Almanya’da toprakların pH durumlarını belirlerken genellikle 0,01 M CaCl₂ çözeltisi ile hazırlanan süspansiyonlarda ölçüm yapılmaktadır. Bazı ülkelerde bu

yöntemin yanı sıra 1 M KCl ve 0,1 M KCl çözeltilerinin de kullanıldığı kaydedilmektedir (Schachtschabel et al., 1984).

Mengel (1991), KCl veya CaCl_2 çözeltileri kullanılarak hazırlanan süspansiyonlarda belirlenen toprak pH değerlerinin, gerçek pH değerinden 0.5-1.0 birim daha yüksek olduğunu belirtmektedir. Neden olarak KCl veya CaCl_2 çözeltilerinin kullanılması ile çözeltinin iyon şiddetinin artmasına bağlı olarak H^+ iyonlarının aktifliğinin azalmasının bir sonucu olarak oluştuğunu bildirmektedir.

Sumner (1994), toprakta pH belirlemelerinde karşılaşılan problem ve çözümüne yönelik yaptığı çalışmasında, cam-kalomel elektrotun çalışma prensiplerini, sıvı değinim (junction) potansiyeli ile çözünebilir toplam tuz derişiminin etkilerini incelemiştir. Araştırmacı, 1 M KCl ve 0,01 M CaCl_2 çözeltileri ile yapılan pH ölçümlerinde, ölçümlerin toprak üst fazında yani çözelti fazında yapılmasından dolayı toprak partikülleri ve sıvı değinim/bağlantı potansiyelinin önemli ölçüde azaltılması sonucunda, daha tekrarlanabilir ve uyumlu sonuçların elde edilebileceğini belirtmektedir.

König et al. (2009), 60 adet toprak örneğinde $\text{pH}_{1:2,5}$ ve $\text{pH}_{1:5}$ yöntemleri karşılaştırmıştır. Asidik topraklarda $\text{pH}_{1:2,5}$ 'in ortalama 3,50; $\text{H}_{1:5}$ 'in ise 3,25 olduğunu alkalın reaksiyonlu topraklarda ise $\text{pH}_{1:2,5}$ 'in ortalama 8,08, $\text{pH}_{1:5}$ yönteminde ise ortalama 7,82 olduğunu saptamışlardır. Aynı araştırmacıların 63 toprak örneği ile gerçekleştirdikleri benzer çalışmada $\text{pH}(\text{KCl})_{1:2,5}$ ve $\text{pH}(\text{KCl})_{1:5}$ yöntemleri denenmiştir. Asidik topraklarda ortalama pH değerlerinin $\text{pH}(\text{KCl})_{1:2,5}$ yönteminde 2,59, $\text{pH}(\text{KCl})_{1:5}$ yöntemin de 2,49 olduğu; alkalın reaksiyonlu toprak örneklerinde ise $\text{pH}(\text{KCl})_{1:2,5}$ yöntemiyle ortalama 7,80, $\text{pH}(\text{KCl})_{1:5}$ yöntemiyle ise ortalama 7,72 olduğu saptanmıştır. Araştırmacılar elde edilen sonuçlara dayanarak $\text{pH}(\text{H}_2\text{O}) > \text{pH}(0,01 \text{ M } \text{CaCl}_2) > \text{pH}(1 \text{ M } \text{KCl})$ şeklinde sıralandığını rapor etmektedirler.

Schachtschabel (1971), toprakların iyi tamponlama özelliği nedeniyle pH ölçümlerinde toprak:solüsyon oranına bağlı büyük değışimlerin olmadığını/gerçekleşmediğini, bu bağlamda $\text{pH}_{1:2,5}$ yöntemi ile elde edilen değerlerin $\text{pH}_{1:5}$ yöntemiyle elde edilen değerlerden ancak 0,1 birim yüksek olabileceğini bildirmektedir. Aynı araştırmacı alüviyal topraklarda $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ ve $\text{pH}(1 \text{ M } \text{KCl})$ ve $\text{pH}(0,1 \text{ M } \text{KCl})$ yöntemlerini $\text{pH}(\text{CaCl}_2)$ yöntemi ile karşılatırmışlardır. $\text{pH}(\text{CaCl}_2)$ yöntemi ile elde edilen pH değerlerinin milli topraklarda $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ yöntemine göre 0,6 ($\pm 0,1$) birim yüksek, $\text{pH}(1 \text{ M } \text{KCl})$ yöntemine kıyasla 0,3 ($\pm 0,3$)

birim düşük ve pH(0,1 M KCl) yöntemi ile eşit olduğu ($0,0(\pm 0,2)$) saptanmıştır. Aynı çalışma kum bünyeli topraklar ile gerçekleştirildiğinde pH(CaCl_2) sonuçlarının pH(H_2O) yöntemine göre 0,6 ($\pm 0,2$) birim yüksek, pH(1 M KCl) yöntemine göre 0,1 ($\pm 0,1$) birim daha düşük ve pH(0,1 M KCl) yöntemine göre 0,2 ($\pm 0,1$) birim yüksek çıktığı bildirilmektedir.

Schofield and Taylor (1955), 0,01 M CaCl_2 çözeltisi ile hazırlanan toprak solüsyonlarındaki pH değerlerinin H_2O ile gerçekleştirilenlere göre 0,50 birim düştüğünü rapor etmektedirler.

Jönsson et al. (2002), 38 adet toprak örneği ile gerçekleştirdikleri çalışmada pH(0,1 M KCl)_{1:5} ve pH(0,1 M BaCl_2)_{1:5} yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmacılar her 2 yöntem ile elde edilen sonuçların birbirleriyle önemli düzeyde uyumlu olduğunu ve benzer bulguların Falkengren-Grerup and Tyler (1993) ile Nihlgard'ın (1996) tarafından da rapor edildiğini bildirmektedirler.

Miller ve Kissel (2010), Kanada'da 120 adet toprak örneği ile yaptıkları çalışmada 5 farklı pH analiz yöntemini (pH(H_2O)_{sat}, pH(H_2O)_{1:1}, pH(H_2O)_{1:2}, pH(0,01 M CaCl_2)_{1:1} ve pH(CaCl_2)_{1:2}) karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda pH(H_2O)_{sat} yöntemiyle ortalama 6,39 (4,11-8,81), pH(H_2O)_{1:1} yöntemiyle ortalama 6,49 (4,27-9,36) ve pH(0,01 M CaCl_2)_{1:1} yöntemiyle 6,10 (3,60-8,56) pH değerleri saptamışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında önemli farklılıklar bulunduğu, bu bağlamda pH(H_2O)_{1:1} yöntemi ile pH(0,01 M CaCl_2)_{1:1} yöntemleri arasında farkın $\Delta\text{pH} = -0,60$ (0,065-1,26) olduğu rapor edilmektedir.

Little (1992), Avusturalya'da 1342 ve Ahernt et al. (1995), Queensland-Avusturalya'da 5950 adet toprak örneği ile yaptıkları çalışmalarda pH(CaCl_2)_{1:5} ile pH(H_2O)_{1:5} yöntemleri ile bulunan pH değerleri arasında fark olduğunu ve söz konusu farkların arasında da ayrıca önemli ilişkiler elde edildiğini bildirmektedirler.

Nilsson et al. (1995), İsveç'in batı-merkez bölgesinde 86 adet farklı peat toprağında örneğinde 3 farklı gübre kombinasyonu ile yaptıkları denemelerin sonunda, pH(H_2O)_{1:12,5}, pH(0,01 M CaCl_2)_{1:12,5} ve pH(1 M KCl)_{1:12,5} yöntemleri ile pH ölçümü yapmışlardır. Araştırma sonuçlarına göre toprak pH değerleri yöntemlere göre önemli farklılıklar (pH(H_2O)_{1:12,5} > pH(1 M KCl)_{1:12,5} > pH(0,01 M CaCl_2)_{1:12,5}) göstermektedir.

2.3.1.2. Elektriksel İletkenlik:

Toprak örneklerinin elektriksel iletkenlik değeri, tuzluluk ile eşdeğerde kullanılmaktadır. Elektriki iletkenlik farklı iyon türlerinin toprak çözeltisindeki konsantrasyonu ile doğru orantılı olarak artmakta veya azalış gösterebilmektedir. Toprağın elektriksel iletkenliği, iyon türleri ve bunların derişimlerine bağılı olarak değışmektedir (Nieder, 2009).

Elektrolitlerin büyük bir bölümü Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^{+} ve Na^{+} katyonları ile Cl^{-} , SO_4^{-2} , CO_3^{-2} , HCO_3^{-} ve NO_3^{-} anyonlarından oluşmaktadır. İyonların oransal dağılımı yalnızca toprak elektriksel iletkenlik değerini değil, aynı zamanda toprakların pH değerlerini de etkileyebilen ve değıştirebilen kompleks bir durumdur (Ünal vd., 2004).

Schachtschabel et al. (1984), genel olarak toprakların EC ölçümünün, H_2O ile hazırlanan satürasyon macunlarında yapıldığını bildirmektedir.

Satürasyon çamuru yöntemi yanında farklı toprak: su oranlarına sahip toprak süspansiyonlarda/ekstraktlarında da EC ölçümleri yapılmaktadır (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007). Farklı toprak-su oranları ile hazırlanan toprak süspansiyonlarında EC ölçüm/analiz yöntemlerinin farklı ticari laboratuvarlar tarafından da kullanıldığı belirtilmektedir (Robbins and Wiegand, 1996; Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

pH ölçümlerinde en çok tercih edilen yöntemin geleneksel satürasyon macunundaki ölçüm (EC_{sat}) tekniğı olduğu bildirilmektedir (Richards, 1954). Satürasyon yöntemi doğal yetiştirme koşullarının en iyi simülasyonu olarak kabul edilmektedir. (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007). Longenecker and Layerly (1964), satürasyon çamuru yönteminin tüm avantajlarına karşın bazı dezavantajlarının da olduğunu rapor etmektedir. Buna göre satürasyon çamurunun hazırlanışında, doyumluk noktasının tespitinin kişisel tecrübe ve gözlem farklılıkları nedeni ile değışim gösterebileceğı bunun da tekrarlanabilirliğı etkileyebileceğı belirtilmektedir.

Satürasyon çamuru yöntemi ile EC belirlemelerinde, örnek hazırlamak için harcanan zaman/emeğın yüksek olması yöntemi maliyetli ve uygulanması görece zor kılmaktadır (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

Farklı toprak:su oranları ile hazırlanan süspansiyonlarda EC ölçümüne dayanan yöntemlerde, toprak:su oranı azaldıkça tarla koşullarından uzaklaşıldığı belirtilmektedir (Rhoades, 1996).

Toprak:su oranı değişimlerinin EC ölçüm sonuçlarına olası etkilerinden birisinin, orandaki artış ile birlikte toprakta zor çözünür tuz bileşiklerinin, çözünürlüklerinin değişmesi olduğu rapor edilmektedir (Reitmeier, 1946). Bu bağlamda toprak: su oranı azaldıkça, topraktaki doğal iyon dengesi ve gerçek tarla koşullarından da benzer ölçüde uzaklaşıldığı düşünülmektedir. Doğal koşullardan uzaklaşmanın minerallerin çözünürlüğü, iyon hidrolizi ve değişebilir katyonların durumunda farklılaşma gibi birçok konuyu gündeme getirdiği belirtilmektedir (Robbins and Wiegand, 1996).

Satürasyon çamuru yöntemi dışında farklı toprak:su oranlarında EC belirleme yöntemlerinin bazı olası olumsuzluklarına karşın, oran küçüldükçe EC ölçümünün de o oranda kolay ve avantajlı hale geldiği belirtilmektedir (Rhoades, 1996).

Literatürde farklı toprak:su oranlarına ait EC değerlerinin satürasyon çamuru değerlerine dönüştürülmesine yönelik çalışmalar bulunmaktadır (Çizelge 2.8.) (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

Çizelge 2.8. Toprakta EC ölçümlerine kullanılan bazı yöntemler ile Satürasyon Macunu EC ölçümleri arasındaki ilişkiler (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

Tekstür	Regresyon Denklemi	Toprak:Su	Örnekleme Yeri	Yazarlar
İnce (İ)	$EC_{sat} = -0,07 + 1,47 \cdot EC_{1:1}$	1:1	Sask-Kanada	Hogg and Henry, 1984
Orta (O)	$EC_{sat} = -0,24 + 1,62 \cdot EC_{1:1}$			
Kaba (K)	$EC_{sat} = 0,05 + 2,06 \cdot EC_{1:1}$			
Genel (İ+O+K)	$EC_{sat} = -0,66 + 1,56 \cdot EC_{1:1}$			
İnce (İ)	$EC_{sat} = -170 + 1,94 \cdot EC_{1:1}$	1:1	Oklahoma-ABD	Pittman el al., 2001
Kaba (K)	$EC_{sat} = 1542 + 2,59 \cdot EC_{1:1}$			
Genel (İ+K)	$EC_{sat} = 1094 + 2,11 \cdot EC_{1:1}$			
İnce (İ)	$EC_{sat} = -0,03 + 2,16 \cdot EC_{1:2}$	1:2	Sask-Kanada	Hogg and Henry, 1984
Orta (O)	$EC_{sat} = -0,36 + 2,35 \cdot EC_{1:2}$			
Kaba (K)	$EC_{sat} = 0,17 + 2,79 \cdot EC_{1:2}$			
Genel (İ+O+K)	$EC_{sat} = -0,08 + 2,27 \cdot EC_{1:2}$			
Kumlu Topraklar	$EC_{sat} = 8 \cdot EC_{1:2}$	1:2	Florida-ABD	Hanlon et al., 1998
Yüzey (<20 cm)	$EC_{sat} = 8,79 \cdot EC_{1:5}$	1:5	Ardakan, İran	Alavi Panah and De Dapper, 2001

Khorsandi and Alaei Yazdi (2007), Yazd-İran’da farklı bünye ve jips içeriğine sahip 236 örnekte farklı EC analiz (EC_{sat} ; $EC_{1:2}$ ve $EC_{1:5}$) yöntemi denemişlerdir. İlişkiler basit lineer, kuvadratik ve çoklu lineer regresyon yöntemleri ile incelenmiştir. İncelemiştir. Araştırma sonucunda $EC_{1:2}$ ve $EC_{1:5}$ analiz yöntemlerinde örnek başına gerekli zamanın 4,9 dak. buna karşın EC_{sat} yönteminde ise 36 dak. olduğu ve avantajları dolayısı ile toprak EC ölçümünde $EC_{1:2}$ yönteminin kullanılabileceğini rapor etmişlerdir

Rhoades (1996), EC belirlemelerinin laboratuvar koşulları, ekipman durumu ve özellikleri, laboratuvarda çalışan personelin nitelik ve niceliğine bağlı olarak değişebileceğini bildirmektedir. Araştırmacı 1:1 ve 1:5 ekstraksiyon oranlarının örneklerin satüre hale getirilmesinden daha kolay olduğunu ancak tarla koşulları altındaki toprakların su oranı ve içeriği ile benzeşimi nedeniyle dezavantaj kabul edildiğini belirtmektedir.

Rhodes (1996), toprak örneklerinin EC değerlerinin belirlenmesinde en etkin olan faktörlerden birisinin ise toprak: su oranının olduğunu, söz konusu oranın artışına bağlı olarak EC belirlemelerde dispersiyon, hidroliz, KDK ve örneklerin yapısında bulunan minerallerin çözünürlüğündeki değişimler gibi birden fazla faktörün ortak etkisi sonucu hataların gerçekleşebileceği yönünde uyarılarda bulunmaktadır. Araştırmacı söz konusu nedenlerle, satürasyon ekstraktına olan benzerliği ve hızlı uygulanabilirliği açısından 1:2 oranlı ölçüm yönteminin ideal olduğunu ve önerildiğini bildirmektedir.

Miller and Kissel (2010) ve Kuzey Amerika’da NAPT programı çerçevesinde yürütülen bir çalışmada, 120 adet toprak örneğinde farklı EC yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Çalışmada EC_{sat} (min. 0,04, max. 7,13 dS m⁻¹) ve $EC_{1:1}$ (min. 0,10, max. 19,0 dS m⁻¹) bulunan değerlerin birbirinden farklı olduğu ve EC_{sat} değerlerinin $EC_{1:1}$ değerlerine nazaran daha yüksek olduğu bildirilmektedir.

Matthess et al. (2017), 1954 yılından beri toprakların tuzluluk durumunun belirlenmesinde kullanılmakta olan EC_{sat} yöntemine karşılık $EC_{1:1}$ yönteminin zaman ve maliyet açısından avantaj sağlayıp sağlayamayacağına yönelik bir çalışma yapmışlardır. Bu çerçevede AGVISE laboratuvarı ve Güney Dakota Devlet Üniversiteleri tarafından 2983 toprak örneğine ait EC analiz değerleri kullanılmıştır. Araştırma sonucunda EC_{sat} yöntemi ile $EC_{1:1}$ arasında $p < 0,05$ düzeyinde $EC_{sat} = 0,181 + 2,30 * EC_{1:1}$ ($r^2 = 0,84$) şeklinde önemli bir ilişki bulunduğu rapor edilmektedir. Araştırma sonucunda EC_{sat} yöntemi, insan kaynaklı hatalara

açık olma, zaman alıcılık ve zahmetli olması gibi nedenlerle zor ve maliyetli bir yöntem olarak tanımlanmıştır. $EC_{1:1}$ yönteminin hızlı ve ekonomik olarak gerçekleştirilmesi nedeni ile bu bölge laboratuvarlarında EC_{sat} yönteminin yerine toprak tuzluluğunun tespitinde kullanılabileceği belirtilmiştir. Çalışmada EC_{sat} yöntemi ile $EC_{1:1}$ yöntemleri analiz maliyetleri açısından da karşılaştırılmış ve bir toprak örneği için EC_{sat} : $EC_{1:1}$ oranının ortalama 10 olduğunu bildirmektedirler.

Sonneveld and Van Den Ende (1971) Naaldwijk-Hollanda'da 75 adet seradan alınan toprak örneklerinde 3 farklı EC belirleme yöntemini (EC_{sat} , $EC_{1:2}$ ve $EC_{1:5}$) karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda EC_{sat} yöntemiyle 0,58-12,16, ortalama 4,43 $\mu S/cm$, $EC_{1:2}$ yöntemiyle 0,24-5,37 ortalama 2,01 ve $EC_{1:5}$ yöntemi ile ise 0,12-3,49 ortalama 1,06 $\mu S/cm$ değerleri elde edildiğini ve yöntemlerin EC açısından $EC_{sat} > EC_{1:2} > EC_{1:5}$ şeklinde sıralandığını rapor etmişlerdir.

2.3.1.3. Kireç:

Toprakların kireç içerikleri yapılarında bulunan ve ana özdekten (ana kaya) kaynaklanan kireçli mineraller (marn, kireçtaşı vb.) veya toprak dışındaki kaynaklardan taşınarak gelen materyallerden kaynaklanabilmektedir (Altınbaş vd. 2004).

Toprakların kireç içeriğinin belirlenmesi için geçmişten günümüze kadar farklı esaslara dayalı çok sayıda yöntemin kullanıldığı izlenmektedir (Kacar, 2009; Bundy and Bremner, 1972; Mahi et al., 1987; European Economic Community, 1972; Loeppert et al., 1984, Martin and Reeve, 1955; Peterson et al., 1966; Hoffmann, 1991; Schaller, 1988). Bundy and Bremner (1972), toprak örneklerinin karbonat içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerin, örneğin asit içeren bir kimyasal çözelti ile muamele edilmesi sonrasında ortaya çıkan CO_2 miktarının gravimetrik, titrimetrik veya manometrik yöntemlerden herhangi birisi ile belirlenmesi esasına dayandığını bildirmektedir. Bu çerçevede günümüzde yaygın kullanılan yöntem titrimetrik CO_3^{2-} tayinidir.

Topraklarda, kireç olarak tanımlanan bileşenler, farklı kimyasal yapılarda (kalsit $CaCO_3$ ve dolomit ($CaCO_3MgCO_3$ vb.) olabilmektedir. Karbonat tayini üzerinden kireç analizinde, Ca 'a bağlı CO_3^{2-} 'ın yanında diğer katyon veya katyon gruplarına ait CO_3^{2-} iyonlarının tamamı tayin edilmektedir (Hoffmann, 1991; König, 1923). Toprakta kalsit ($CaCO_3$) ve dolomit ($CaCO_3MgCO_3$) 'in başat CO_3 mineralleri olması (diğer karbonat minerallerinin görece çok az olmaları) ve

dolomit mineralinin de her toprakta bulunmaması nedeni ile pratikte CO_3^{2-} ölçümü, kireç (CaCO_3) analizi ile eşdeğer anlamda kullanılmaktadır.

Schlichting and Blume, (1966) toprakta özellikle görece daha fazla dolomitin bulunduğu durumlarda, rutin analizlere göre farklı ve hatalı sonuçların alınabileceğini rapor etmektedir. Nitekim kantitatif kireç belirlemelerinde, volümetrik yöntemlerin kullanılması durumunda açığa çıkan CO_2 hacminin, CaCO_3 şeklinde hesaplanmasında 2,274 katsayısı, dolomit söz konusu olduğunda ise 2,095 katsayısı ile çarpılmaktadır. Bu nedenle dolomit içeren topraklarda analiz sonuçlarının %100'ün üzerinde çıktığı durumlarla karşılaşılabilir.

Toprakta kalsit ile HCl arasındaki reaksiyonun çok hızlı (~ 1 dak) olması, buna karşın dolomit soğuk asitlere karşı dayanım gösterdiğinden reaksiyonun oda sıcaklığında kendi haline bırakıldığında çok yavaş devam ettiği bildirilmektedir (Kacar, 2009). Kalsitin (CaCO_3) HCl ile reaksiyon süresi ile dolomitin, HCl ile olan reaksiyon süreleri farklı olması nedeni ile Scheibler kalsimetresi ile yapılan analizlerde toprak örneklerinin nispi olarak daha fazla dolomit içermesi durumunda problemlerin oluşma olasılığı ortaya çıkabileceği rapor edilmektedir.(Hoffman, 1991).Nitekim Turner and Skinner (1960),yalnızca CaCO_3 içeren topraklarda, 2 mm'lik elekten elenmiş örneklerde Scheibler kalsimetresi ile yapılan tayinlerde 60 saniyelik analiz süresinin güvenilir olduğu belirtilmektedir. Buna karşın, toprak örneklerinin dolomit içermesi durumunda bu sürenin yeterli olmayacağı, ayrıca örneklerin öğütülmesi ve bir kez 0,5 mm elekten geçirilmesi gerektiği bildirilmektedir.

Toprakta, karbonatlı bileşikler dışında HCl ile reaksiyona sokulmaları durumunda CO_2 gazı oluşumuna yol açan bileşiklerin bulunduğu ve bunların dekarboksile olabilen aromatik bileşikler, H_2S (sülfidler) ve SO_2 (sülfidler) olduğu bildirilmektedir (Hoffmann, 1991; Nelson, 1982).

Kloroza duyarlı bitkilerde, özellikle meyve bahçesi tesislerinde toplam kireç yerine aktif kireç analizlerinin yapılması önerilmektedir. Toprakta aktif kireç kavramı ile çözünür (ortama Ca , CO_3^{2-} ve HCO_3^- veren kireç fraksiyonu) kireç kast edilmektedir. Toprakta aktif kireç analizinin esası çözünür kireç fraksiyonun/miktarının belirlenmesidir. Yöntem, örneğin $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile uzun bir süre (16 h) çalkalanarak kirecin çözünür kısmından kaynaklanan Ca^{+2} iyonlarının $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ şeklinde çöktürülmesi ve arta kalan

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ fazlasının KMnO_4 ile geri titrasyonuna dayanmaktadır. (Drouineau, 1942; Hagin, 1952; Yaalon, 1957).

Mahi et al. (1987), Sudan'ın Yambio, Khartoum bölgelerinde Aridisol ve Entisol toprak tiplerine ait 0-30 cm ve 30-60 cm derinlikten alınan toplam 26 örnekte 4 farklı CaCO_3 yöntemi (Modifiye Alway ve Zetterberg; Bundy ve Bremner, kalsimetre ve asit nötralizasyon) karşılaştırmışlardır. Bu yöntemlerle elde edilen ortalama % CaCO_3 değerlerinin sıra ile 9,67- 9,90- 9,79 ve 10,06 olduğunu bildirmektedirler. Araştırmacılar, asit nötralizasyon yöntemi ile elde edilen değerlerin diğer yöntemlerden farklı olmasının, nötralizasyon reaksiyonu ile değişim kompleksi üzerinde bulunan değişebilir protonlardan kaynaklanabileceğini bildirmektedirler.

Maulood et al. (2012), Irak'ın farklı bölgelerine ait toplam 84 toprak örneğinde kalsimetrik (Scheibler kalsimetresi) ve titrimetrik yöntem (0,5 N HCl ile CaCO_3 reaksiyon sonrası 0,02 M NaOH ile geri titrasyon) karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında önemli ilişkiler ve fark bölgelere göre (ΔCaCO_3) = -0,50 ile 1,54 g/kg) bulunduğu kaydedilmektedir.

Carter (1980), Saskatchewan-Hindistan'da 15-30 cm derinlikten alınan 20 toprak örneğinde toplam kireç ve aktif kireç yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda toplam kireç ile aktif kireç arasındaki önemli ilişki olduğu saptanmıştır.

Toplam kirecin, Gediz havzası topraklarında %0,7-11,08 (Atalay, 1982), Küçük Menderes havzası alüviyal topraklarında %0,2-9,2 (Çolakoğlu (1978) arasında değiştiği bildirilmektedir.

2.3.1.4. Toprak Organik Maddesi:

Toprakta organik madde tayininde geçmişten günümüze kadar gravimetrik, titrimetrik, spektrofotometrik ve C analizörü ile belirleme yöntemleri kullanılmaktadır (Schachtschabel et al., 1984; Zachariae, 1965; Kacar, 2009; Lattens et al., 2007; Bahadori and Tofighi, 2015; Gallardo and Saavedra, 1987; Giovanni el al., 1975; Jimenez and Ladha, 1993; Jolivet et al., 1998).

Toprakta organik madde tayinleri, prensip olarak toprak organik C'nun belirlenmesine dayanmaktadır. Bulunan/belirlenen C değeri miktarı 1,724 faktörü

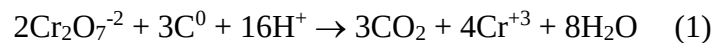
(*Van Bemmelen* faktörü) ile çarpılarak organik madde değerine dönüştürülmektedir. Bu faktör organik maddenin %58'ının C' dan oluştuğu varsayımından gelmektedir. Bu varsayımın organik maddenin tipi ve toprak derinliğine göre değişebileceği belirtilmektedir (Zachariae, 1965 Schachtschabel et al., 1984).

Nelson and Sommers (1996) toprakta organik C analizlerinde kullanılan çeşitli yöntemlerin prensip/temel ilke avantaj ve dezavantajlarını ayrıntılı olarak açıklamışlardır (Çizelge 2.9.).

Çizelge 2.9. Toprakta organik-C belirlemede kullanılan yöntemlerinin metodoloji açısından karşılaştırılması (Nelson and Sommers, 1996)

Yöntem	Prensip	Olumlu Yönler	Olumsuz Yönler
Toplam C ve İnorganik C	Toplam ve inorganik C miktarı ayrı ayrı tayin edilir	Toplam ve organik C miktarı rutin olarak kolayca tayin edilebilir. Örneklerde dolomit olmaması iyi sonuç alınmasını sağlar.	2 ayrı analiz gerekmektedir. Maliyetli ve özel donanım ihtiyacı gerektirir. Dolomit varlığında özel ekipmanla çalışılmalıdır.
Isıtmasız dikromat ile oksidasyon	Asidik ortamda C'nun Cr ⁺⁶ iyonlarının Cr ⁺³ iyonlarına indirgenmesi yoluyla tayin	Çok hızlı, basit ve özel donanıma ihtiyaç olmayan bir yöntem	Isı uygulanmadığı için organik maddenin tamamı okside edilememektedir. Düzeltme faktörüne ihtiyaç duyulur. Fe ⁺² , klorür ve MnO ₂ tarafından interfere edilmektedir.
Isıtma ile dikromatin oksidasyonu	Asidik ortamda, ısıtma yardımıyla C'nun Cr ⁺⁶ iyonlarının Cr ⁺³ iyonlarına indirgenmesi yoluyla tayin	Hızlı, basit, güvenilir sonuç	Fe ⁺² , klorür ve MnO ₂ tarafından interfere edilmektedir. Özel ekipmana ihtiyaç duyulmaktadır.

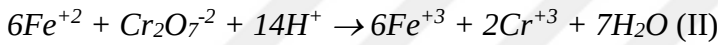
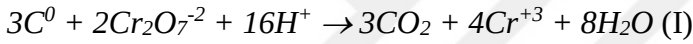
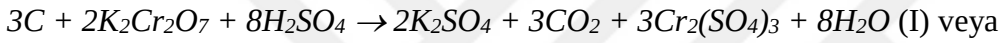
Toprakların organik madde içeriklerinin nicel olarak belirlenmesine yönelik birçok analitik yöntem geliştirilmiştir. Tarihsel gelişim izlendiğinde toprak organik maddesinin sıcak K₂Cr₂O₇ ve H₂SO₄ ile okside edilebileceğine ilişkin ilk önerinin Schollenberger (1927) tarafından yapıldığı izlenmektedir. Bu öneriye göre örnekler



önce reaksiyonuna (1) tabi tutulmakta, ardından Cr₂O₇⁻²'in aşırısı Fe(NH₄)₂(SO₄)₂.6H₂O ile titre edilmektedir. Reaksiyon sırasında indirgenmiş Cr₂O₇⁻² miktarının toprak organik maddesine eşdeğer olduğu kabul edilmektedir.

Bu tarihten sonra değişik araştırmacılar tarafından, Schollenberger (1927) tarafından önerilen temel ilkelere dayalı ve genelde yakma aşamasında kullanılan $K_2Cr_2O_7$ ve H_2SO_4 'in konsantrasyonlarında modifikasyona dayanan çok sayıda çalışma yapılmıştır (Nelson and Sommers,1996). Bunlardan günümüzde de kabul gören en önemli çalışma Walkley ve Black (1934) tarafından yapılmıştır. Yaklaşık 80 yıldır tüm dünyada kullanılmakta olan Walkley-Black metodu, analizde kullanılan kimyasal bileşiklerin çevre sağlığı ve kirliliği açısından yüksek riskler taşıması nedeniyle son zamanlarda eleştiriler aldığı belirtilmektedir (Lattens et al., 2007; Bahadori and Tofighi, 2017).

Walkley-Black (1934) yöntemi ile toprak organik maddesinin belirlenmesinin temel ilkeleri organik-C'nun asidik koşullarda $K_2Cr_2O_7$ çözeltisinin aşırısı ile reaksiyona sokulması (I); arta kalan ve indirgenmemiş fazla Cr^{+6} iyonlarının Fe^{2+} ile titrasyonuna dayanmaktadır (II).



Organik C ile redükte Cr^{+3} miktarı arasındaki ilişki stokiyometriktir.

Yukarıda temel prensipleri ayrıntıları ile verilen titrimetrik Walkley Black metodu (I) no'lu reaksiyondan sonra spektrofotometrik olarak yapılabilir. Bu durumda örneklerde organik C içeriği yakma işleminden (I) sonra, inosit kullanılarak hazırlanan C standart serisine karşılık 600 nm' de spektrofotometrik olarak belirlenebilmektedir (Schaller, 1988; Bahadori and Tofighi, 2015; Walkley and Black, 1934; Bowman, 1998; Schlichting and Blume, 1966).

Walkley Black yönteminin $FeSO_4$ ile yapılan titrasyon aşamasında, renk dönümünün kişisel hataya açık olması, titrasyon işleminin zaman alması dezavantaj olarak tanımlanmaktadır (Raveh and Avnimelech, 1971).

$K_2Cr_2O_7$ ile organik C'nun oksidasyonu, dışarıdan ısıtma uygulanmaksızın yalnızca H_2SO_4 varlığında açığa çıkan reaksiyon ısısı tamamen yükseltgenemeyeceği belirtilmektedir (Walkley, 1947; Jackson, 1976). Bu nedenle Walkley-Black metodu ile elde edilen verilerin bir düzeltme faktörü (1,30- 1,32)

düzeltilmesi önerilmiştir (Diaz-Zorita, 1999; Jackson 1976; Sanchez and Claverie, 1973; Allison, 1960).

Tabatabai (1996a), tarafından yapılan bir araştırmada organik C'nun geri dönüşümünün/kazanımının (recovery) ortalama %60-80 arasında olduğunu ve bu nedenle sonuçların 1,39 düzeltme faktörü ile çarpılmasını önermektedir. Araştırmacı Walkley-Black yönteminde organik-C' geri kazanımında koşullara bağlı olarak değişkenlik olabileceğine ve metodun modifiye edilerek, asit ve yükseltgen ilavesinden sonra örnekler ısı uygulaması (90 dak. 120 °C'de, etüvde) C geri kazanım oranını arttırdığını rapor etmektedir.

Yaklaşık 80 yıldır tüm dünyada kullanılmakta olan Walkley-Black metodunun, kullanılan kimyasal bileşiklerin çevre sağlığı ve kirliliği açısından yüksek riskler taşıması nedeniyle son zamanlarda eleştiriler aldığı belirtilmektedir (Lettens et al., 2007; Bahadori and Tofighi, 2015).

Sims and Haby (1971) 87 toprak örneğinde Walkley, 1947 tarafından önerilen kromik-sülfürik asit oksidasyonu ve ardından $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ ile titrasyon metodunda modifikasyonlar yapmıştır. Araştırmacı titrasyon yerine organik maddenin oksidasyonu sırasında oluşan ve indirgenmiş haldeki Cr^{+3} iyonlarının oluşturduğu rengi spektrofotometrik (660 nm) olarak belirlemişlerdir. Araştırmacılar bu yöntemin <%7 organik madde içeren topraklarda rutin analizler için hızlı bir şekilde uygulanabileceğini bildirmektedirler.

Toprakta organik madde miktarının belirlenmesinde gravimetrik yöntemler de kullanılmaktadır. Bu yöntemlerde toprak numuneleri uygun büyüklükteki porselen krozelere tartıldıktan sonra bir kül fırınında yakma işlemine tabi tutulmaktadır. İşlemin sonucunda numune ağırlığında meydana gelen farktan yola çıkılarak toprak örneğinin organik madde içeriği nicel olarak belirlenmektedir. Basit ve uygulamasının kolay olmasına karşın, bu yöntemin ancak toprak organik madde içeriği hakkında fikir sahibi olmak için kullanılabileceği bildirilmektedir. Bu yöntemde örnekteki H_2O ve inorganik karbonatların yüksek sıcaklıklarda uçmasının hatalı sonuçlara yol açabileceği belirtilmektedir. (Browning 1938; Schaller, 1988).

Gravimetrik toprak organik madde analizinde 500 °C'deki sıcaklıklara ulaşıldığında organik maddenin tamamen okside olduğunu, karbonatlı bileşiklerin

ise bu sıcaklık derecesinden etkilenmediklerini bildirilmektedir (Gallardo et al., 1987; Giovanni et al., 1975).

Lowther et al. (1990), özellikle asit reaksiyonlu ve kum bünyeli toprak örneklerinde gravimetrik organik madde belirlemelerinin uygun sonuçlar verebileceğini bildirmektedir.

Jolivet et al.'da (1998), kül fırını kullanımı ile kullanılan gravimetrik organik madde belirleme yönteminin Lowther et al.'ın da bildirdiği gibi asidik ve karbonat içermeyen topraklarda mineral kafes yapılarında bulunan strüktürel H₂O içeriğinin az olması ve karbonatların bulunmaması veya çok az bulunması durumlarında tercih edilebilecek bir yöntem olduğunu rapor etmişlerdir.

Ball (1964), Browning (1938), Lowther et al. (1990) ve Jolivet et al.'ın (1998) bildirdiğinin aksine asidik reaksiyonlu ve karbonatlı bileşikler içermeyen topraklarda da organik madde belirlenmesinde gravimetrik (kuru yakma) yönteminin uygulanması durumunda kil minerallerinin strüktür yapılarında bulunan H₂O kayıpları dolayısıyla hataların oluşabileceğini, özellikle 450 ila 500 °C'de söz konusu H₂O kayıplarının çok fazla arttığını bildirmektedir (Rhodes et al., 1981).

Rhodes et al., (1981) çok sayıda araştıracının (Ball,1964; Browning,1938; Lowther et al,1990; ve Jolivet et al.,1998) bildirdiğinin aksine asidik reaksiyonlu ve karbonatlı bileşikler içermeyen topraklarda da organik madde belirlenmesinde gravimetrik (kuru yakma) yönteminin uygulanması durumunda kil minerallerinin strüktür yapılarında bulunan H₂O kayıpları dolayısıyla hataların oluşabileceğini, özellikle 450-500 °C'de söz konusu H₂O kayıplarının çok fazla arttığını bildirmektedir.

Toprak örneklerinde gravimetrik yöntemle (doğrudan kül fırını kullanarak) belirlenmesinde, örnekteki kil ve diğer minerallerin yapısında adsorbe halde bulunan H₂O molekülerinin yüksek ısı varlığında buharlaşması ve kireç içeren topraklarda kirecin ısı varlığında parçalanması sonucunda CO₂ gazı şeklinde olası kayıpları bu tür organik madde belirlemeleri için bir sorun olduğu belirtilmektedir (Giovanni et al., 1975).

Toprak organik maddesinin belirlenmesinde yaş yakma ve kuru yakma yöntemlerinin karşılaştırıldığı ve aralarındaki ilişkilerin incelendiği çok sayıda

çalışma gerçekleştirilmiştir (Bremner and Jenkinson, 1960a, 1960b; Davies, 1974; Huntington et al., 1989; Lowther et al., 1990; Wang et al., 1996).

Goldin (1987), ABD ve Kanada'dan alınan toprak örneklerinin organik madde içeriklerini yanma kaybı ve karbon analizörü yöntemlerini kullanarak belirlemiş ve elde edilen verileri birbiriyle karşılaştırmıştır. Çalışmada, kireç içermeyen toprak örneklerinde yanma kaybı değerleri ile karbon analizörü kullanılarak bulunan organik madde miktarları arasında önemli düzeyde ilişkilerin bulunduğu saptanmıştır. Araştırma sonuçlarına dayanılarak bazı olumsuz yönlerine rağmen yakma yönteminin kireç içermeyen toprak örneklerinin organik madde içeriklerinin belirlenmesinde kullanılabileceği belirtilmektedir.

Nelson and Sommers (1996), farklı ülkelerden alınan toprakların organik madde içerikleri ile yanma kaybı (LOI-Kül fırını) yöntemi ile bulunan organik madde miktarları arasındaki ilişkileri ayrıntılı yakma koşulları (sıcaklık ve zaman) açısından ayrıntılı olarak incelemişlerdir (Çizelge 2.10.)

Çizelge 2.10. Toprak organik madde içeriğinin yanma kaybı yöntemiyle bulunan değerleri arasındaki ilişkiler (Nelson and Sommers, 1996).

Yakma Yöntemi Koşulları ve r^2			
Örnek Adedi	°C	h	r^2
65	375	16	-
36	550	Sabit ağırlığa	0,99
48	375	28	0,99
17	430	24	0,99
85	550	4	0,99
766	950	0,5	-
215	500	4	0,96
60	600	6	0,86
174	450	12	0,92
91	400	8	0,97
564	550	3	0,98
38	450	16	0,99
45	450	6	0,98
316	360	2	0,90

Bahadori and Tofighi (2015), İran'da farklı üretim sistemlerine ait toplam 40 adet toprak (0-30 cm) örneğinde standart Walkley-Black (OC_{wb_tit}) yöntemini, titrasyon işleminin potansiyometrik olarak uygulandığı (OC_{wb_pot}) yöntemini ve standart Walkley-Black metodunun uygulandığı ancak kantitatif belirleme aşamasının spektrofotometre kullanılarak (450 nm) tayinin yapıldığı spektrofotometrik (OC_{wb_spek}) tayin yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma

sonuçlarına göre OC_{wb_pot} yöntemi (ortalama %2,23 O.M) ile OC_{wb_spek} yöntemi (%2.28) arasında önemli fark olmadığı saptanmıştır.

Browning (1938), ABD'nin 50 farklı lokasyonundan çok farklı özelliklere sahip örneklerde Walkley-Black yöntemi ile kuru yakma yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda Walkley-Black yöntemi ile ortalama %1,8024 (%0,33-5,65), buna karşın kuru yakma yönteminde ise ortalama %1,8026 (%0,33-5,41) organik madde bulunmuştur. Araştırmada Walkley-Black yöntemi ile elde edilen organik C miktarlarının kuru yakma ile elde edilen değerler referans alındığında meydana gelen geri kazanım oranının ortalama 0,998 (0,929-1,101) olduğunu rapor edilmektedir.

Chacon et al. (2002), Venezuela'nın farklı bölgelerine ve 5 farklı derinlikten (0, 10-20, 20-30, 30-40 ve 40+) alınan toplam 184 toprak örneğinde farklı organik madde (organik C) analiz yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmada referans yöntem olarak pirolitik yakma esasına dayanan Dumas (OC_{dumas}), Walkley-Black (OC_{wb_tit}) i ve Anderson ve Ingram (1993) tarafından önerilen spektrofometrik (OC_{wb_spek}) yöntemleri karşılaştırmıştır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında önemli ilişkiler bulunduğu belirlenmiştir. Çalışmalarının sonucunda 2 farklı organik C analiz yönteminin uygulanması sonucunda elde ettikleri verileri karşılaştırarak değerlendirdiklerinde; elde ettikleri regresyon denklemlerinin $OC_{wb\_spek} = -0,033 + 0,541 \cdot OC_{wb\_tit}$ ($r^2=0,961$, $n=93$), $OC_{wb\_spek} = -0,058 + 0,459 \cdot OC_{wb\_tit}$ ($r^2=0,942$, $n=91$) ve regresyon denkleminin 0'dan geçmeye zorlanması durumunda da denklemin tüm numuneler göz önüne alınarak oluşturulduğunda denklemin $OC_{wb\_spek} = 0,492 \cdot OC_{wb\_tit}$ ($r^2=0,961$, $n=184$) şeklinde olduğunu rapor etmişlerdir. Elde edilen regresyon denklemleri ile elde edilen değerler arasındaki ilişkinin istatistiki açıdan önemsiz düzeyde olduğunu bildirmektedirler ($F_{0:05(2)89,91} = 1,12$).

Jimenez and Ladha (1993), 14 toprak örneğinde elementel organik C cihazı (Perkin Elmer CHN Model 2400; OC_{dumas}) ile Walkley-Black (OC_{wb_tit}) yöntemi karşılaştırılmıştır. Çalışmada ayrıca örnek ağırlığı, örnek ön hazırlığı ve referans standart türü gibi faktörlerin de 2 yöntemde sonuçlara etkisi de incelenmiştir. Araştırma sonuçlarına göre 2 yöntem arasında önemli fark bulunmadığını ancak OC_{dumas} yöntemi ile bulunan C değerlerinin OC_{wb_tit} yöntemine kıyasla daha hassas olarak belirlenebildiği bulunmuştur.

Kamara et al. (2007), Toprak organik-C belirlemelerinde Walkley-Black ve farklı sıcaklıklarda (350 ve 375 °C) yakma yöntemlerini referans olarak kabul ettikleri dumas metodu ile kalibre etmek üzere bir çalışma yapmışlardır. Çalışmanın sonunda Dumas (OC_{dumas}) yöntemi ile Walkley-Black yöntemi (OC_{wb_tit}) arasında önemli bir ilişki ($OC_{dumas} = 0,2301 + 1,1582 \cdot OC_{wb\_tit}$ ve $r^2=0,977$) olduğu 350 ve 375 °C’de olmak üzere iki farklı sıcaklıkta yapılan kuru yakma analizlerinde ise yüksek ilişkinin OC_{y_375C} yöntemi ile bulunduğunu o ($OC_{dumas} = -4,3249 + 0,5908 \cdot OC_{y\_350C}$ ve $r^2=0,9215$), bulunduğunu rapor etmektedirler.

Maranhao et al. (2017), Brezilya’nın Tocantins eyaletinde tropik orman örtüsü altındaki kireçli topraklarda 10 adet toprak profilinden aldıkları toplam 56 adet toprak örneğinde farklı süre ve sıcaklıklarda (5 dak. 170 °C’ ve 30 dak. 170 °C), Walkley-Black yöntemlerinde modifikasyon yaparak ($OC_{wb\_tit\_170C/5dk}$ ve $OC_{wb\_tit\_170C/30dk}$), Dumas yöntemini kullanmak suretiyle toplam C (TC_{dumas}), numuneleri HCl ile ön işleme tabi tuttuktan ve öğüttükten sonra Dumas yöntemini kullanarak ($OC_{dumas-pt}$) ve numuneleri HCl ile ön işleme tabi tuttuktan, öğüttükten ve tekrar eledikten sonra ($OC_{dumas-mpt}$) yöntemi ile organik C içeriklerini analiz etmişler ve elde ettikleri verileri birbirleriyle karşılaştırmışlardır. Dumas yöntemi yapılan OC belirlemelerinde örnek hazırlama prosedürünün önemli olmadığını, Dumas yönteminin $OC_{wb\_tit\_170C/5dk}$ yöntemi ile elde edilen değerler bakımından aralarında bir ilişki olmadığını dolayısıyla Walkley-Black yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilecek 5 dk’lık ısıtma süresinin yeterli olmadığını bildirmektedirler.

Mikhailova et al. (2003), Rusya’nın Kursk bölgesinde farklı arazi kullanım şekillerine ait Pachic Hapludoll (Çernezyom) topraklarda HCl ile karbonat ön testi sonrası seçilen 54 kireçsiz toprak örneğinde Walkley-Black yöntemi (OC_{wb_tit}) ile iki farklı cihaz üreticisine ait (OC_{Leco_CHS} ve OC_{RPTSci}) CNS analizörü ile organik-C analizleri yapmışlardır. Araştırma sonuçlarına göre cihazlarla bulunan sonuçların arasında fark olmadığı Walkley Black yöntemi ile bulunan sonuçların ise cihazlar ile bulunan değerlere kıyasla istatistiki yönden farklı bulunarak ($p<0,05$) Walkley Black yöntemi ile bulunan sonuçların daha düşük olduğu saptanmıştır.

Richardson and Bigler (1982), ABD’nin Kuzey Dakota bölgesinde kötü drenaj koşulları altında ağırlıklı olarak Fluvaquentic Haplaquoll ve Cumulic Haplaquoll’lardan olmak üzere kireçli 21 toprak örneğini almış bu örneklerde Walkley-Black yöntemi (OC_{wb_tit}) ve Dumas yöntemini (OC_{dumas}) yöntemlerini

karşılaştırmışlardır. Çalışmada 2 yönteme ek olarak ön testlerle bulunan inorganik-C değerlerinin Dumas yöntemi ile bulunan değerlerden çıkarılması ile de organik C değerlerini hesaplamışlardır. Çalışmanın sonucunda Dumas yöntemi ile elde edilen toplam C değerlerinden inorganik C değerlerini çıkarmak suretiyle elde ettikleri sonuçların OC_{wb_tit} yöntemi ile elde edilen organik C değerleri ile önemli düzeyde ilişkili ($r^2= 0,997$, $p<0,01$) olduğunu saptamışlardır. Dumas ile Walkley-Black arasındaki ilişkilerin ise toprağın organik-C içeriğine göre değiştiğini saptamışlardır.

Sims and Haby (1971) 87 toprak örneğinde Walkley, 1947 tarafından önerilen kromik-sülfürik asit oksidasyonu ve ardından ve $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ ile titrasyon metodunun da titrasyon aşaması yerine organik maddenin oksidasyonu sırasında oluşan ve indirgenmiş haldeki Cr^{+3} iyonlarının oluşturduğu rengin spektrofotometrik olarak belirlenmesine yönelik bir çalışma yapmışlardır. Araştırma sonunda Cr^{+3} iyonlarının 600 nm dalga boyunda örneklerin en fazla örneklerin %7 oranında organik madde içermesi durumunda spektrofotometre ile elde edilen absorbans değerinin yöntemin dinamik lineer aralığı içerisinde kullanılabileceği ve bu derişim aralığında belirlemenin çözelti matrisinden etkilenmediğini saptamışlardır. Araştırmacılar ilave olarak organik madde içeriği %0-7 arasında değişen topraklarda yöntemin uygulanması durumunda, sakaroz standardı kullanılması halinde Cr^{+3} iyonu absorbans değerlerinin 600 nm dalga boyunda, organik C derişimine paralel olarak arttığını rapor etmektedirler. Araştırmacılar Walkley (1947) tarafından önerilen yöntemin modifiye edilerek, hızlıca gerçekleştirilebilecek bir spektroskopik yöntemle rutin analizlerde uygulanabileceğini bildirmektedirler.

Soon and Abbound (1991), 39 adet toprak örneğinde organik C içeriklerini Walkley-Black (WB), modifiye Tinsley (mT), modifiye Mebius (mM), spektrofotometrik metot (Sp), yanma ile kayıp (LOI) ve Dumas yöntemleri ile belirlemişlerdir. Çalışmanın sonucunda farklı organik C belirleme yöntemleri arasında önemli ilişkiler bulunduğunu ve değerler arasındaki korelasyonların arasındaki ilişki düzeyinin tüm uygulamalar için istatistiki yönden %0,01 seviyesinde önemli olduğunu LOI yönteminin toprakların <15 mg C/gr miktarından daha az organik C içermeleri durumunda güvenilir sonuçların elde edilmesinde yetersiz kaldığını belirlenmiştir.

2.3.1.5. Toprakta KDK Analizi:

Toprakların iyon tutma (adsorbsiyon) ve deęiřtirme kabiliyetleri katyonlar zelinde belirlenmek ve tanımlanmak istendięinde KDK olarak adlandırılmakta ve nemli bir toprak verimlilięi zellięi olması nedeniyle belirlenmektedir (Ergene, 1987; Ross, 1995; Summer and Miller, 1996).

Toprakların iyon deęiřtirme kabiliyeti 1850 yılından beri bilinmekte olup kısaca katyon deęiřimi olarak adlandırılmıřtır (Schachtschabel et al., 1984).

Toprakların, deęiřim kompleksleri (kil ve organik madde) tarafından tutulan (adsorbe edilen) katyonlarının nicel olarak toplamı katyon deęiřim kapasitesi olarak tanımlanmakta ve me/100 g birimi ile ifade edilmektedir (Altınbař vd., 2004). Toprakta deęiřebilir durumda olan dominant katyonlar; Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Al^{3+} ve H^{+} dir. İz elementler, deęiřebilir katyonların ancak %1'ini oluřturmaktadır (Ergene, 1987). Gnmzde KDK genellikle cmol/kg, cmol/100g birimleri ile verilmektedir (bazı eski metinlerde me/100g veya meq/100g birimi kullanılmaktadır) (Brady and Weil, 2008; zbek vd., 1995).

Katyon deęiřim kapasitesi Potansiyel KDK ve efektif KDK olarak 2 řekilde ifade edilmektedir. Potansiyel KDK topraęın tamponlanmıř ($\text{pH} = 7.0-7.5$) haldeki KDK, efektif KDK deęeri ise topraęın tamponlanmamıř haldeki KDK kapasitesini tanımlamak zere kullanılmaktadır. Toprak pH'sının doęal olarak 7,0-7,5 arasında olduęu kořullarda potansiyel KDK= efektif KDK 'dır. Asit reaksiyonlu topraklarda efektif KDK deęerleri, potansiyel KDK deęerlerinden daha dřktr (Schachtschabel et al., 1984; zbek vd., 1995).

Gemiřten gnmze kadar toprakların KDK 'lerini belirlemek amacı ile ok sayıda yntemin kullanıldıęı izlenmektedir (Bache, 1976; Gillman and Sumpter, 1986; Gillman et al., 1983; Summer and Miller, 1996). Bu yntemler arasında sonu aısından nemli farklılıklar bulunmaktadır. KDK belirleme yntemlerinin avantaj ve dezavantajlarına iliřkin literatrde ok sayıda alıřma bulunmaktadır. Gnmzde toprakta, KDK belirlemelerinde tm dnyada rutin/geleneksel olarak 1 N NH_4OAc ($\text{pH}=7$) yntemi kullanılmaktadır (Hendershot and Duquette, 1986; Matsue and Wada, 1985).

KDK belirlemelerinde toprak pH'sı, ekstraksiyon zeltisinin iyonik gc, katyon ve anyonların zellikleri, organik madde ve kil mineral tipi gibi faktrlerin

sonuç üzerine etkili olduğu bildirilmektedir (DeVilliers and Jackson, 1967; Fiskell, 1970; Sawhney et al., 1970; Ngewoh et al., 1989).

Hendershot and Duquette (1986) ve Matsue and Wada (1985), geleneksel 1 N NH_4OAc (pH=7) yöntemi ile yapılan KDK 'i tayinlerinde, katyon değişim yüzeylerindeki değişebilir ve sabit yük durumunun gözetilmediğini, ayrıca bu yöntemin tarla koşullarındaki pH ve elektrolit çözeltisi derişimini temsil etmediğini, bununda gerçek KDK değerlerinden sapmaya yol açtığını bildirmektedir.

Gillman (1979), Bascomb ,1964 tarafından önerilen 0,1 M BaCl_2 yönteminin modifiye edilmesi ile tarla koşullarına benzeşimin sağlandığını ve aynı zamanda NH_4OAc yönteminde birçok ekstraksiyon aşamasının kaldırılmasını (NH_4^+ iyonunu desorbsiyonu) sağladığını bildirmektedir.

Wada and Harada (1969), Ba^{+2} iyonlarının değişim yüzeylerince spesifik olarak adsorbe edilmemesi ve daha güçlü iyon değişimi kapasitesine sahip olması BaCl_2 yöntem ile KDK tayinlerinde daha iyi sonuçların alınabileceğini bildirmektedirler.

Horn et al. (1982) ve Gillman et al. (1983) KDK belirlemelerinde, ekstraksiyon aşamasında Ba ve Sr gibi 2 değerlikli katyon çözeltilerinin kullanılmasının, NH_4OAc yöntemine göre daha iyi/kabul edilebilir sonuçların alınmasını sağladığını bildirmektedirler. Araştırmacılar bu durumu Ba ve Sr gibi 2 değerlikli katyonların NH_4^+ 'a nazaran daha iyi iyon değişim kapasitesine sahip olması ile açıklamışlardır.

Hendershot and Duquette (1986), 0,1 M BaCl_2 çözeltisi kullanılarak tek ekstraksiyon basamağı ile KDK tayinlerinde hesaplama Al, Mn ve Fe 'in 'de dahil edilmesi durumunda, diğer KDK yöntemlerine benzer sonuçlar alınabileceğini bildirmektedirler.

Kalisz and Stone (1980) ve Rhoades (1982), BaCl_2 yönteminin asit reaksiyonlu topraklarda NH_4OAc yöntemine göre daha objektif/gerçekçi KDK değerleri sağladığını bildirmektedir.

Ngewoh et al. (1989), KDK tayinlerinde ekstraksiyon çözeltisinin toprak tipine göre seçilmesi gerektiğini, bunun yapılmaması durumunda ise hatalı sonuçların alınabileceğini bildirmektedir.

König et al. (2009), NH_4Cl yöntemiyle elde edilen KDK değerlerinin BaCl_2 yöntemiyle bulunan KDK değerlerinden farklı olduğunu; NH_4Cl ve SrCl_2 yöntemleri ile elde edilen KDK değerlerinin ise birbiriyle karşılaştırılmaması gerektiğini rapor etmiştir.

Coleman and Thomas (1967), ABD'nin Ohio bölgesinden 4 farklı alandan aldıkları topraklarda BaCl_2+TEA , NH_4OAc ve KCl yöntemleri ile KDK tayinleri yapmışlardır. Araştırmada, örneklere CaCO_3 ilave edilip edilmemesi gerektiği ve buna istinaden örnek pH'larının değişimine bağlı farklılıklar da araştırılmıştır. Araştırma sonucunda KDK tayininde kullanılan yöntemler arasında sonuç açısından farklılıklar olduğu, kireç ilavesi ile pH değerlerinde değişim olduğu ve bununda KDK sonuçlarını etkilediği bildirilmektedir.

Ngewoh et al. (1989) farklı yöntemlerle toprakta KDK tayinlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmada i. 1 N HN_4OAc (pH=7) ; ii. 0,1 M BaCl_2 (Mn, Fe ve Al dahil) (BaCl_2) ; iii. 1 N NH_4OAc +1 N KCl ile ekstrakte edilebilir Al dahil ($\text{AAS}_{+\text{Al}}$) ; iv. Mehlich 1+1 N KCl ile ekstrakte edilebilir Al dahil ($\text{MEH1}_{+\text{Al}}$) ; v. Mehlich 3+1 N KCl ile ekstrakte edilebilir Al dahil ($\text{MEH3}_{+\text{Al}}$) ; vi. 1 N HN_4OAc + değişebilir H^+ iyonu dahil ($\text{AAS}_{+\text{H}}$) ; vii, Mehlich 1+değişebilir H^+ dahil ($\text{MEH3}_{+\text{H}}$) ve viii. Mehlich 1+değişebilir H^+ dahil ($\text{MEH1}_{+\text{H}}$), 1 N NH_4OAc yönteminde NH_4^+ değişimi yoluyla belirleme (AAR) olmak üzere 8 farklı yöntem kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar referans yöntem olarak kabul edilen 0,1 M BaCl_2 yöntemi ile karşılaştırılmıştır. Çalışmanın sonucunda; Mehlich 1 ve Mehlich 3 yöntemlerinin çok daha kısa uygulama prosedürleri nedeniyle avantajlı oldukları bildirmektedirler.

Horn et al. (1982), 7 toprak örneğinde i.1 N NH_4OAc yöntemi ile değişebilir Ca, Mg, K ve Na ve BaCl_2+TEA (pH=8) yöntemiyle belirlenen değişebilir asitlik ; ii. 1 N $\text{Ca}(\text{OAc})_2$ ile ekstraksiyon ve satüre $\text{Mg}(\text{OAc})_2$ ile Ca desorbsiyonu sonrası Ca belirlenmesi ; iii. 1 N NH_4OAc (pH=7) ile ekstraksiyon ve NaCl ile NH_4^+ değişimi ve NH_4^+ belirlenmesi; iv 1 N MgCl_2 ile ekstraksiyon ve 1 N KCl ile Mg^{+2} 'nin yer değiştirilmesi ve Mg^{+2} belirlenmesi ;v. Mg^{+2} 'nin Ba^{+2} ile yer değişimi ;vi. 1 N NH_4OAc (pH=7) ile ekstraksiyon ve değişebilir Ca, Mg, K, Na ile birlikte 1 N KCl ile ekstrakte edilen değişebilir Al'nin birlikte değerlendirilmesi olmak

üzere 6 KDK tayin yöntemini karşılaştırmışlardır. Çalışmada 1 numaralı yönteme ait KDK değerlerinin en yüksek, 2 no'lu yöntem ile de en düşük sonuçların elde edildiği rapor edilmektedir. Araştırma sonucunda ayrıca $BaCl_2$ yönteminin kireç içeren veya kireçlenmiş topraklarda hatalı sonuçlar verebileceği ve tüm değerlendirmeler sonucunda 1N NH_4OAc (pH=7,00) yönteminin en uygun yöntem olabileceği belirtilmektedir.

Atalay (1982) Gediz havzası Alüviyal topraklarında (42 örnek) 1N NH_4OAc (pH=7,00) yöntemine göre KDK değerlerinin 4,2-31,0 me/100 g arasında değiştiğini bildirmektedir.

Woods (2006), mevcut KDK analiz yöntemlerini, uygulanması zor ve zaman alıcı yöntemler olarak tanımlamakta ve daha kolay ve hızlı sonuç verebilen ve mümkün olduğunca toprakların gerçek KDK değerlerinin belirlemeye olanak sağlayacak yeni yöntemlere yönelik çalışmalara gereksinim olduğunu bildirmektedir.

2.3.1.6. Bünye (Tekstür) Analizi:

Geçmişten günümüze kadar toprakların tekstür (bünye) analizlerinde Pipet ve Hidrometre yöntemlerinin uygulandığı izlenmektedir. Ağırlıklı olarak kullanılan bu 2 yöntem dışında toz/tanecik teknolojisinde kullanılan optik mikroskopi, transmisyon elektron mikroskopisi (TEM), taramalı elektron mikroskopisi (SEM), Coulter Sayacı yöntemleri yanında ışık saçılması prensibine dayanan türbidimetrik, holografik ve x-ray santrifüj yöntemlerinin de kullanılmakta olduğu görülebilmektedir (Gee and Bauder, 1986). Nitekim Hellman and McKelvey (1941), o dönemde standart olarak kabul edilen pipet yöntemi ile hidrometre (Bouyoucos) yöntemini 8 farklı toprak örneğinde denemişlerdir. Elde edilen sonuçlara dayanarak hidrometre ile elde edilen sonuçların, pipet yöntemiyle (gravimetrik ölçümler yardımıyla hesaplanan) benzer olduğunu rapor etmişlerdir

Bouyoucos (1934), 1926 yılında toprak örneklerinin kolloidal içeriklerinin belirlenebilmesi için yeni ve hızlı gerçekleştirilebilen bir yöntem önermiştir. Araştırmacı 1928 yılında toprak örneklerinde bünye analizinde kullanılabilecek hidrometre yönteminin detaylarını yayınlamış, yine aynı yıl toprak örneklerinde detaylı mekanik analizlerin yapılabilmesini sağlayacak bir çalışma daha yapmıştır. Araştırmacı, 1930 yılında kullanımını önerdiği hidrometre yöntemi ile pipet yöntemini

karşılaştırmış, hidrometre yönteminin doğru ve güvenilir bir şekilde pipet yöntemi yerine kullanılabileceğini rapor etmiştir.

Elfaki et al. (2016), Sudan’da 5 bölgede açtıkları profillerden toplam 26 adet toprak örneğinde tekstür analizleri için Bouyoucos ve Pipet yöntemleri uygulamışlardır. Araştırma sonucunda hidrometre yönteminin kullanılmasını önermektedirler.

Toprakta tekstür analizi öncesi bağlayıcı bileşenlerin numuneden uzaklaştırılması veya etkilerinin azaltılmasının sağlanması gerektiği bildirilmektedir (Altınbaş vd., 2004, König et al., 2009).

Lawal el al. (2013), Nijerya’da yaptıkları çalışmalarda hidrometre yönteminin uygulanması öncesinde organik maddenin parçalanması için H_2O_2 kullanımının gerekip gerekmediği ile ilgili bir çalışma yapmışlardır. Ayrıca hidrometre (Bouyoucos) ile pipet yönteminin aynı örnekler üzerinde uygulanması ile elde edilen sonuçları karşılaştırılmıştır. Araştırma sonucunda Sudan koşullarında rutin analizlerde hidrometre yönteminin kullanılması önerilmekte ve organik maddenin uzaklaştırılması için H_2O_2 uygulamasının mutlaka yapılması gereken bir işlem olduğunu rapor etmektedirler.

Liv et al., (1966), tekstür analizlerinde kullanılan hidrometre yöntemi ile pipet yöntemini karşılaştırılmışlardır. Bu amaçla 155 toprak örneğinde yapılan analiz ve değerlendirmeler sonucunda hidrometre yönteminin kullanılabileceği belirtilmektedir.

2.3.1.7. Toplam ve Mineral Azot (N):

Toprakların toplam N içerikleri geniş değerler arasında değişmektedir. (Mengel, 1991). Mineral topraklar genellikle %0,02 -0,4 arasında toplam N içermekte olup, bu miktarın yaklaşık %90’ı organik azot formlarından oluşmaktadır (Schilling, 2000). Ortalama iklim şartlarının etkin olduğu ve tarla bitkileri tarımının gerçekleştirildiği alanlarındaki N miktarı 2.000- 10.000 kg/ha arasında olup bu miktarın çok büyük bir kısmı 0-1 m toprak katmanında bulunmaktadır.

Toprakta heterosiklik olarak bağlanmış N, pirol, pirolodin, indol, kinolin, isokinolin, pürin, pridin ve piperidinin yapısında yer almaktadır. Bu azot. N toprak mikroorganizmaları tarafından kolayca parçalanabilir yapıdadır. Bu bileşiklere

karşın amino grupları içerisinde yer alan N daha kolay mineralize olabilmektedir/edilebilmektedir. Organik maddenin humik asit fraksiyonları, bitkilerin N beslenmesi açısından bir işlev göstermemesine karşın, toprak strüktürüne pozitif etkileri ile büyük önem taşımaktadır. Toprak organik N 'nun ortalama %20-30'u, amino-N ve amino şeker-N formunda bulunmaktadır. Amino-N ve amino şeker-N fraksiyonları toprakta bulunan inorganik N fraksiyonları ile yakından ilişki içerisinde bulunmaktadır (Mengel, 1991; Mengel and Schmeer, 1985; Schnitzer and Spiteller, 1986).). Toprakların organik N içeriği ile organik C içerikleri arasında yakın bir ilişki bulunmaktadır (organik maddenin %0,02-0,4'nün N olduğu kabul edilmektedir) (Schachtschabel et al., 1984).

Toprakların toplam N içeriklerinin belirlenmesinde geçmişten günümüze kadar ağırlıklı olarak Dumas ve Kjeldahl yöntemleri kullanılmaktadır. Bunlardan Kjeldahl yöntemi özel herhangi bir laboratuvar ekipmanı gerektirmeyen ve çok daha yaygın kullanılan bir yöntemdir.

Kjeldahl yönteminin esası toprak örneklerinin bir katalizör eşliğinde H_2SO_4 'li ortamda yakılarak, örnekteki azotun NH_4 'a dönüştürülmesi ve ardından alkali ortamda destilasyonuna dayanmaktadır. Kjeldahl metodu, basit oluşu, nispeten düşük maliyetli laboratuvar ekipmanlarına gereksinim duyulması ve iyi düzeyde tekrarlanabilir sonuçlar elde edilebilirliğine karşın zaman alıcı bir yöntem olarak kabul edilmektedir. (Bremner and Mulvaney, 1982; Baethgen and Alley, 1989). Kjeldahl metodunun dezavantajlı yanlarından sakınılması amacı ile NH_4 -N'un belirlenmesinde NH_4 -N seçici elektrotların kullanılması veya ya da ölçümlerin kolorimetrik olarak yapılması önerilmektedir (Bremner and Tabatabai, 1972; Weatherburn, 1967; Baethgen and Alley, 1989).

Dumas yöntemin esası ise modifiye edilmiş O_2 ve He ve/veya Ar ortamında piroliz yoluyla örneğin yükseltgenmesine dayanmaktadır. Katalizörlerin etkisi ve Cu kolonlarının kullanımı ile yükseltgenmiş olan azot, karbon, kükürt, hidrojen ve oksijen içeren bileşikler N_2 , CO_2 , SO_2 , H_2O ve O_2 gazı haline indirgenmektedir. Gazların özelliğine göre sistemlere entegre edilen absorpsiyon/desorpsiyon veya kromatografik kolonlar içeren cihazlarda seçilen elementin örnekler içerisindeki miktarsal içerikleri TCD veya IR detektörler kullanılmak suretiyle kantitatif olarak belirlenebilmektedir (Bremner, 1996; Dumas, 1831; Perez et al., 2001; Nelson and Sommers, 1996).

Jimenez and Ladha (1993), Filipinler’de Luzon ’da bulunan Çeltik Deneme İstasyonuna ait farklı bünye ve pH değerlerine (3,7- 7,5) sahip 14 toprak örneğinde toplam N analizlerini yakma (N_{dumas}) ve modifiye Kjeldahl (N_{kj}) yöntemi ile karşılaştırmışlardır. Çalışmalarının sonucunda N_{dumas} yöntemiyle (Min %0,005, Max %0,179, ort. %0,124), N_{kj} (Min. %0,004, Max. %0,175, ort. %0,120) önemli ilişki olduğunu ($N_{dumas} = -0,0007 + 1,038 \cdot N_{kj}$ ve $r^2=0,9987$) belirlemişlerdir.

McGeehan and Naylor (1988), 5 farklı toprak grubuna ait örneklerde Kjeldahl (N_{kj}) ve kuru yakma (N_{dumas}) yöntemlerini toplam N açısından karşılaştırmışlardır. Çalışmada N_{dumas} yöntemi ile elde edilen sonuçların N_{kj} yöntemiyle elde edilen sonuçlara nazaran daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar 2 yöntemi farklı bitki türlerinin N içeriklerini belirlemek için kullandıklarında iki N belirleme yöntemi arasındaki farkın özellikle bitki örneklerinin NO_3-N içeriklerinin %0,76 üzerine çıktığında daha da belirgin hale geldiğini rapor etmişlerdir.

Oxenham et al. (1983), Avusturalya’nın Queensland bölgesinde 47 toprak örneğinde Toplam N analizlerinde Kjeldahl (N_{kj}) ve kuru yakma (N_{dumas}) yöntemlerini araştırmışlardır. Araştırma sonucunda 2 yöntem arasında $N_{kj} = -0,00260 + 0,970 \cdot N_{dumas}$ şeklinde bir ilişki bulunduğu rapor etmişlerdir.

Pereira et al. (2006), Brezilya’nın 8 eyaletinde ve ağırlıklı olarak Histosol tipindeki topraklardan alınan 21 adet toprak örneğinde Kjeldahl (N_{kj}) ve Dumas (N_{dumas}) yöntemleri karşılaştırılmıştır. Çalışma sonucunda 2 yöntem arasında ($N_{dumas} = -0,010 + 1,048 \cdot N_{kj}$; $r^2=0,986^{**}$, $p<0,01$) önemli ilişkilerin olduğu rapor edilmiştir.

Yeomans and Bremmer (1991), Brezilya’nın farklı bölgelerinden aldıkları toplam 20 adet yüzey toprağında Kjeldahl (N_{kj}) ve Dumas (N_{dumas}) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda 2 yöntem arasında önemli ($N_{dumas} = 0,11 + 0,95 \cdot N_{kj}$) ilişki olduğu rapor edilmiştir.

Perez et al. (2001), Brezilya’da, farklı organik madde, tekstür ve KDK değerlerine sahip 19 adet toprak örneğinde Kjeldahl (N_{kj}) ve Dumas (N_{dumas}) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda N_{kj} ve N_{dumas} yöntemleri arasında toplam (%) sonuçları açısından istatistiki olarak önemli bir fark olmadığı ve 2 yöntem arasında $N_{dumas} = -0,018 + 1,061 \cdot N_{kj}$ şeklinde ifade edilen bir ilişki bulunduğunu rapor etmişlerdir.

Toplam N analizlerinin toprakların alınabilir N içeriklerini zayıf bir şekilde yansıtmaması (daha çok organik N içeriği hakkında fikir vermesi) dolayısı ile N'lu gübre önerileri için mineral N (inorganik N) analizlerinin yapılması önerilmektedir (Bremner, 1965; Hakerlerler vd., 2009; Yağmur, 1997; Yıldız, 1994).

Toprakların inorganik N fraksiyonunun büyük bir bölümü NH_4^+ , NO_3^- ve düşük düzeylerde olmak kaydıyla NO_2^- formundadır (Keeney and Nelson, 1982).

Toprakların mineral N (NO_3 ve NH_4) analizleri 2 aşamada gerçekleştirilmektedir. Bunlar ekstraksiyon ve ölçüm (quantification) aşamalarıdır. Bu amaçla yaygın şekilde kullanılan ekstraksiyon ve ölçüm metotları Çizelge 2.11.'de verilmiştir.



Çizelge 2.11. Topraklarda inorganik N formlarının belirlenmesinde kullanılan metotlar arasındaki ilişkiler (Sah, 1994).

Yazar / Yazarlar	Metotlar Arası İlişkiler
Burke et al., 1989	DSFM tepkisi IK metoduna kıyasla daha yüksektir. Örnek matriksi Bias üzerinde etkilidir.
Lyons et al., 1991	HPLC-KD metodu SFM ve HPLC-UV metoduna göre daha hassas, bitki ekstraktlarında SFM uygulama kolaylığı nedeniyle avantajlı olmaktadır.
Irving and Bouma, 1985	Tek reagentli NO ₃ hızlı testi ile FSDA metodu ile uyumlu sonuçlar elde edilmiştir.
Haby, 1959	Ca(OH) ₂ ekstraksiyon yöntemi kullanılarak çalışılan toprak örneklerinde KTA ve FSDA metodu ile bulunan sonuçlar yüksek düzeyde ilişkili bulunmuştur (r=0,92).
Schaefer, 1986	MQTÇ test kağıtlarının Refraktometre kullanılarak bulunan NO ₃ sonuçlarının IK metodu ile bulunan değerler ile uyum içerisinde olduğu ancak bitki öz sularında yapılan analizlerde MQTÇ düşük değerlerin bulunmasına yol açtığı görülmüştür.
Tabatabai and Dick, 1982, Stewart, 1957, Kalbasi and Tabatabai, 1985	İK değerleri ile BD değerleri birbirini teyit etmektedir.
Grunau and Swiader, 1986	İK ve İSE değerleri arasındaki varyasyon katsayıları benzer bulunmuştur.
Kuchnicki and Webster, 1986	NO ₃ ortalama geri kazanımları; HPLC (%100,6), HS (%90,2) ve FSDA (%73-109) olarak belirlenmiş dolayısıyla HPLC metotları ile bulunan geri kazanım oranları daha iyi bulunmuştur.
Tabatabai, 1974	İSE ile RKM değerleri birbiriyle uyumludur.
Preezetel, 1989	HPLC ile RKM değerleri birbiriyle uyumludur.
Vendrell and Zupancic, 1986	SAT ve HPLC özdeş sonuçlar veriyor. İSE değerleri daha düşük bulunmuştur.
Carlson et al., 1990	Toprak örneklerinde DKM ile BD değerleri mükemmel uyumlu, bitki örneklerinde DKM, İSE ile uyumlu sonuçlar vermektedir.
Faria and Pasquini, 1991	DKM ile RKM birbiriyle uyumlu değerler vermiştir.
Dorich and Nelson, 1984	RKM ile BD değerleri uyumlu ancak BK metodundan daha yüksek değerler elde edilmektedir.
Cawse, 1967	RKM ile BD metotları DUV metodu ile uyumlu değerler üretmiştir.
DSFM: Direkt Spektrofotometrik Metot, HPLC-KD: HPLC-Kondüktivite Detektörü HPLC-UV: HPLC-Ultraviyole Detektörü, SFM: Spektrofotometrik Metot, IK: İyon Kromatografisi FSDA: Fenoldisulfonik Asit, KTA: Kromotropikası, MQTÇ: Merckoquand Test Çubukları BD: Buhar Destilasyon Metodu, İSE: İyon Selektif Elektrot, DKM: Difüzyon Kolorimetrik Metot RKM: NO ₃ →NO ₂ (redüksiyon)+kolorimetrik metot, SAT: Salisilik Asidin Transnitrasyonu metodu BK: Brusin Kolorimetrik metodu, DUV: Doğrudan UV metodu	

Topraklarda ekstraksiyon sonrası nitrat ve amonyum ölçümünde kullanılan yöntemlerin temel ilkeleri, karşılaşılan güçlükler aşağıda ayrıntıları ile verilmiştir.

Topraklarda NO₃⁻ içeriğinin belirlenmesinde, bir elektrolit çözeltisi ile muameleye (ekstraksiyona) gerek olmadığı şeklinde bildirimlerde bulunmakta ve bu tip öneriler nitratın büyük bir kısmının toprakta çözünür durumda bulunduğu dayandırılmaktadır (Soltanpour and Workman, 1981; Keeney and Nelson, 1982). Buna görüşe karşı olarak nitrat iyonunun bazı topraklarda anyon adsorbsiyonu ile

adsorbe olduğu ve analizlerde bunun da dikkate alınması için ekstraksiyonun gerektiği yönünde karşıt görüşler de bulunmaktadır (Ye et al. 2001)

Günümüzde çoğunlukla tek bir ekstraksiyon ile toprakta NO_3^- ve NH_4^+ birlikte ekstrakte edilmekte ve ardından ayrı ayrı ölçülmektedir. Bu amaçla literatürde yer verilen ekstraksiyon çözeltileri Çizelge 2.12.'de verilmiştir (Soltanpour and Workman, 1981; Keeney and Nelson, 1982; Blakemore et al., 1987; Houba et al., 1988; Lavery and Bollo-Kamara, 1988; Thomas, 1986; Scharpf and Wehrmann, 1975; Kovancı, 1969).

Çizelge 2.12. Topraklarda inorganik N formlarının belirlenmesinde kullanılan bazı ekstraksiyon çözeltileri.

Ekstraksiyon Çözeltileri	
%0,35'lik $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,01 M CaCl_2 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$
0,03 M NH_4F +0,015 M H_2SO_4	0,5 M NaHCO_3
0,01 M CuSO_4	1 veya 2 M KCl
0,01 M CuSO_4 (Ag_2SO_4 katkılı)	%1 $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$
1 M NaCl +0,05 M CaCl_2	Saf Su

Ekstraksiyon işlemleri sonrası, NO_3^- konsantrasyonunun kantitatif belirlenmesinde kullanılan çok sayıda yöntem bulunmaktadır (Keeney and Nelson, 1982). Bunlar:

- i. Potansiyometrik (nitrat selektif elektrot)
- ii. Spektrofotometrik
- iii. Mikro difüzyon
- iv. Destilasyon
- v. Akış enjeksiyon tekniğinin kullanıldığı metotlar
- vi. Kromatografik (HPLC ve iyon kromatografisi) olarak sınıflandırılmaktadır.

Geçmişte nitrat ölçümlerinde yaygın şekilde destilasyon ve klasik spektrofotometrik yöntemleri kullanılmakta iken, günümüzde laboratuvarların alt yapılarına göre farklı yöntemler kullanılabilmektedir. Bu bağlamda günümüzde çok sayıda örnekte NO_3^- ölçümüne olanak sağlayıcılığı ve diğer kimi avantajları (interferanslardan daha az etkilenmesi vb.) otomatik spektrofotometrik yöntemlerin

görece ön plana çıktığı izlenmektedir (Kenney and Nelson, 1982; Maynard and Kalra, 1993).

Destilasyon yönteminde nitrat analizinin esası nitratin bir indirgen aracılığı ile amonyuma çevrilmesine dayanmaktadır. Bu amaçla en çok kullanılan indirgen Devarda alaşımıdır.

Nitrat analizlerinde potansiyometrik ölçüm teknikleri de kullanılmaktadır. Bu amaçla daha çok nitrat seçimli elektrotlardan yararlanılmaktadır. Ancak örnek matriksinde özellikle Cl^- iyonu, bunun yanında Br, NO_2 , sülfidlerin interferans yaptıkları bildirilmektedir (Lierop, 1986; Sah, 1994; Carlson and Keenay, 1971).

Spektrofotometrik NO_3^- analizlerinde, kantitatif ölçüm için renk oluşumu amacı ile çok sayıda kimyasal maddenin kullanıldığı ve metotların da bu adlarla anıldığı (phenoldisulfanik asit; alpha naphthylamine-pembe renk; brucine-mavi; brucine-sarı; Na-nitroprusside, salisilik asit vb.) metotlardan yararlanılmaktadır (Jackson, 1958; Horneck et al., 1989; Alban and Kellogg, 1959; Carter and Gregorich, 2006; Sah, 1994). Ayrıca daha az kullanılan spektrofotometrik metotlarda (diphenilamine, strychnine ve strychnidine) bulunmaktadır (Baker, 1967; Petriconi and Papee, 1971; Usher and Telling, 1975).

Ayrıca NO_3^- iyonunun UV bölgesinde (daha çok 200-210 nm) absorpsiyon çizgisi/spektrumu oluşturması ve bunun ölçümüne olanak sağlayan spektrofotometrik yöntemler de bulunmaktadır. UV bölgesinde Cl, NO_2 , Fe^{+3} ve organik madde de absorpsiyona neden olabilmektedir. İnterferansların eliminasyonu için yöntemin modifikasyonlar içeren farklı versiyonları bulunmaktadır (Norman and Stucki, 1981; Norman et al., 1985; Cawse, 1967; Sah, 1994).

Spektrofotometrik analizlerde kullanılan kimi kimyasalların (kromotropik asit vb.) kanserojen etkisi nedeniyle kullanımında dikkatli olunması gerektiği bildirilmektedir (Heilenz et al., 1970).

Nitrat iyonunun UV bölgesinde (daha çok 190-210 nm) absorpsiyon çizgisi/spektrumu oluşturması ilkesine dayanan spektrofotometrik NO_3^- yöntemler de bulunmaktadır. UV bölgesinde Cl, NO_2^- , Fe^{+3} ve organik madde de absorpsiyona, dolayısı ile interferansa yol açabilmektedir. İnterferansların eliminasyonu için yöntemin modifikasyonlar içeren farklı versiyonları

bulunmaktadır (Norman and Stucki, 1981; Norman et al., 1985; Cawse, 1967; Sah, 1994).

Nitrat ölçümlerinde en önemli problemlerin başında interferans gelmektedir. Bu bağlamda organik madde, Cl, NO_2^- ve bulanıklığın en önemli interferans kaynakları olduğu bildirilmektedir (Bremner, 1965). Özellikle 2 M KCl çözeltisi ile yapılan ekstraksiyonlarda Cl 'un bazı nicel NO_3^- belirleme metotlarının kullanılmasını kısıtlayabildiği rapor edilmektedir (Sah, 1994). Bu nedenle 2 M KCl ile ekstraksiyonda ölçüm için kromotropik asit; 2,4-xylenol ve brucine metotlarının kullanılmaktadır (Sah, 1994; Dorich and Nelson, 1984).

Toprak nitrat ölçümünde kullanılan bir diğer metotta salisilik asit metodudur. Vendrell and Zupancic (1990), salisilik asit metodu ile bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerlerinin Cd redüksiyon tekniği sonrası spektrofotometrik ölçüm ile benzer veriler verdiğini bildirmektedir.

Ekstraksiyon sonrası nitratın (NO_3^-) indirgenmesi yolu ile ölçümüne olanak sağlayan yöntemler de bulunmaktadır. Bu yöntemlerde en çok kullanılan indirgeme aracı (ajanı) $\text{NH}_2\text{NH}_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ dır. Ayrıca Cu^{+2} varlığında NO_3^- 'ün diazolama reaksiyonu ile a $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$ ile bağlanarak oluşturduğu pembe rengin spektrofotometrik olarak ölçülmesinin olası olduğunu bildirmektedirler (Mullin and Riley, 1955). Metodun organik madde, yüksek Ca ve Mg derişimlerinden etkilenmediği belirtilmektedir (Best, 1976; Downes, 1978; Sah, 1994).

Black and Waring (1978), Queensland 'da farklı derinliklerden alınan toprak örneklerinde farklı ölçüm teknikleri (nitrat seçici elektrot ve destilasyon) ve ekstraksiyon yöntemlerini (0,05 M K_2SO_4 , 4 M KCl ve saf su) karşılaştırmışlardır. Ayrıca saf ile standart katma (0,20 mg ve 2 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ ilavesi yapmışlar) uygulayarak geri kazanımı (recovery) da incelemişlerdir. Araştırma sonucunda geri kazanımın toprak derinliğine bağlı olarak %65-101 arasında değiştiği ve her iki ölçüm tekniğinde de ortalama %65 olduğu belirlemişlerdir. Araştırmacılar bu durumu, iki ölçüm tekniğindeki hatadan ziyade alt toprak katmanlarına ait örneklerde ilave edilen $\text{NO}_3\text{-N}$ 'in absorbsiyonuna yorumlamışlardır. Ayrıca 0,05 M K_2SO_4 ve 4 M KCl ile ekstrakte edilen $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarlarının birbirine yakın olduğunu rapor etmişlerdir.

Li et al. (2012), Shaanxi- Çin’de farklı tarımsal üretim desenlerinden (mera, mısır, meyve, sebze ve buğday) 2 yılda (2007 sonbaharı ve 2008 yılı ilkbaharı) toprak örnekleri (0-20 cm) almış ve farklı ekstraksiyon çözeltileri (1 M KCl; 0,01 M CaCl_2 ve 0,5 M K_2SO_4) ve farklı çözelti:toprak oranları (5:1, 10:1 ve 20:1) ile ekstraksiyondan sonra $\text{NO}_3\text{-N}$ ölçümünü Flow Autoanalyzer 3 (AA3) cihazı kullanılarak $\text{NO}_3\text{-med}$ metodu ile gerçekleştirmişlerdir. Araştırmada nitrat analiz sonuçlarının ekstraksiyon çözeltileri, toprak:çözelti oranı ve sezona göre önemli farklılıklar gösterdiği rapor edilmektedir.

Schmidt and Timmermann (1989) ve Schröer and Timmermann (1989) toprakta $\text{NO}_3\text{-N}$ analizinde, 0,01 M CaCl_2 ve %1’lik $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ ile ekstraksiyon arasında istatistiki yönden anlamlı bir farkın oluşmadığını bildirmektedirler.

Becker (1987), 2 M KCl yöntemi ile saptanan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerlerinin 0,01 M CaCl_2 yönteminden; ortalama %20 oranında ve bazı ekstrem durumlarda %50 oranında daha düşük olduğunu bildirmektedir. Bu yönde Janssen (1989), tarafından yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir. Araştırmacı farkın ekstraksiyon çözeltilerinden değil ölçüm tekniğinden (alkali- $\text{Mg}(\text{OH})_2$) kaynaklandığını aslında her iki çözelti ile topraktan ekstrakte edilebilir $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarlarının birbirine benzer olduğunu rapor etmektedir.

Topraklarda amonyum analizlerinde de ekstraksiyon sonrası çok sayıda nicel ölçüm tekniği (metodu) bulunmaktadır. Bu metotlar arasında spektrofotometrik, potansiyometrik (iyon seçimli elektrot), destilasyon ve mikro difüzyon teknikleri yer almaktadır (Keenay and Nelson ,1982).

Toprakta $\text{NH}_4\text{-N}$ ’u ölçüm metotları arasında mikro difüzyon ve Nessler yöntemleri de bulunmaktadır. Söz konusu metotlar hassas olmalarına karşın bazı dezavantajlarının olduğu bildirilmektedir. Günümüzde en çok kullanılan yöntemler Berthelot reaksiyonuna dayanan ve fenol ve hipoklorit kullanılarak uygulanan spektrofotometrik $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodudur (Hinds and Lowe, 1980).

1930’lu yıllarda toprakta $\text{NH}_4\text{-N}$ ’u belirlenmesine yönelik yöntem arayışlarının yoğun olarak devam ettiği izlenmektedir. Nitekim Van Slyke and Hiller (1933), gerçekleştirdikleri çalışmalarda, alkali koşullarda NH_4^+ iyonlarının fenol-sodyum hipoklorit çözeltisi ile mavi renkli bir kompleks oluşturduğunu ve mavi rengin intensitesinin NH_4 konsantrasyonu ile paralel olduğunu

bildirmektedirler. Snell and Snell (1949)'de söz konusu renk kompleksinin 625 nm dalga boyunda en yüksek absorpsiyon değerleri verdiğini belirlemişlerdir.

Noble (1955), Berthelot metodunun son derece hassas bir metot olduğunu ancak tekrarlanabilirliğinin zayıf olduğunu ve renk oluşumunda bazı sorunlar ile karşılaşılabilirliğini belirtmektedir.

Hinds and Lowe (1980), toprak ekstraksiyon çözeltilerinde $\text{NH}_4\text{-N}$ analizlerinde fenol-hipoklorit-amonyum reaksiyonuna dayanan ve Berthelot metodu olarak isimlendirilen metodun basit ve kolay uygulanır olması nedeniyle geniş bir kullanım alanı bulduğunu rapor etmektedir.

Bolleter et al. (1961), Berthelot metodunda meydana gelen reaksiyonların mekanizmasını ilk açıklayan araştırmacılar. Buna göre alkalın koşullarda indofenol maddesi dissosiyasyon olmaktadır. NH_4^+ iyonlarının ortamdaki kompleks oluşturmaya maddeler ile reaksiyona girmesinden sonra NH_2Cl dönüşmekte ve ardından NH_2Cl 'nin fenol ile reaksiyona girmesi ile mavi renkli bir kompleks oluşmaktadır.

Bolleter et al. (1961), Berthelot metodunda hipoklorit çözeltisinin, fenol çözeltisinden önce örneğe ilave edilmesi gerektiğini belirtmektedir. Araştırmacılar, fenol çözeltisinin, hipoklorit çözeltisinden önce ilave edilmesi durumunda Cl^- iyonlarının öncelikle fenol ile reaksiyona girdiğini ve bunun sonucunda çözeltide hipoklorit derişiminin düşmesi nedeniyle NH_4^+ iyonlarının ilk basamakta hipoklorit ile reaksiyona girerek NH_2Cl oluşumunu bloke ettiğini ve sonuçta fenol ile NH_2Cl reaksiyonunun engellenmesi nedeniyle renk oluşumunun yeterli düzeyde meydana gelemediğini bildirmektedirler.

1970'li yılların başında toprakta $\text{NH}_4\text{-N}$ analizlerinde indofenol mavisi yönteminin kullanıldığı rapor edilmektedir (Kempers, 1974; Selmer-Olsen, 1971).

Chaney and Marbach (1962), $\text{NH}_4\text{-N}$ 'nin kantitatif olarak belirlenmesinde sodyum nitroprusside metodunu önermektedir. Araştırmacılar bu metotta, Berthelot metoduna oranla renk oluşumun çok daha kısa sürede gerçekleştiğini ve rengin intensitesinin Berthelot metoduna oranla çok yüksek olduğunu rapor etmişlerdir.

Amonyum analizlerinde, fenol içeren metotlarda uçucu orto-klorofenol oluşması ve bunun da sağlık açısından taşıdığı riskler dikkate alınarak çalışmalara devam edildiği ve 1983 yılında Salisilat metodu şeklinde tanımlanan yeni bir

yöntem önerildiği belirtilmektedir (Nelson, 1983; Verdouw et al., 1978; Kempers and Zweers, 1986).

Baethgen and Alley (1989), ABD'nin Virginia eyaletinden alınan 18 toprak örneğinde Kjeldahl ve spektrofotometrik $\text{NH}_4\text{-N}$ analiz metotlarını karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda spektrofotometrik $\text{NH}_4\text{-N}$ ile Kjeldahl metodu arasında önemli ilişki bulunduğu ($\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Kjeldahl}} = 1,015 \cdot \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Spektrofotometrik}}$ ve $r=0,99$) belirlenmiştir. Spektrofotometrik $\text{NH}_4\text{-N}$ yönteminin Kjeldahl yöntemine göre daha hassas, hızlı, kolay uygulanabilir olması yanında daha az laboratuvar alanı ve özel laboratuvar donanımlarına ihtiyaç duyulması nedeniyle tercih edilebileceği belirtilmektedir.

Hinds and Lowe (1980) 0,01 M CaCl_2 ile ekstrakte edilen 10 toprak örneğinde NH_4^+ analizlerini, fenol-hipoklorit (Berthelot) ve Kjeldahl, yöntemleri ile karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında fark olmadığı bulunmuştur.

Kempers and Zweers (1986), Su ve 2 M KCl ekstraktlarında, salisilat metodu ile $\text{NH}_4\text{-N}$ 'u analizlerinin yapılmasına ilişkin ayrıntılı bir araştırma yapmışlardır. Bu çalışmada reaktiflerin derişimi, uygulama sırası, ışık, pH ve interferansların durumu ve eliminasyonu konuları (parametre/değişkenler) incelenmiştir.

Nelson (1983), farklı özelliklere sahip toprak örneklerinde 2 M KCl ile ekstraksiyon sonrasında, $\text{NH}_4\text{-N}$ belirlemeleri için buhar destilasyon ve indofenol mavisi metodunu karşılaştırmışlardır. Sonuçların birbirine yakın (buhar destilasyon metodunda ortalama 8,65 $\mu\text{g/g}$ (6,96-14,67), indofenol mavisi metodunda 8,56 $\mu\text{g/g}$ (6,59-15,02) olduğunu bildiren araştırmacılar, daha hızlı, basit ve kesin sonuçlar alınması dolayısı ile 2 M KCl ekstraktında $\text{NH}_4\text{-N}$ ölçümü için indofenol mavi renk metodunu önermişlerdir.

Sahrawat (1979), çeltik yetiştiriciliği yapılan farklı özellikteki toprak örneklerini 2 N KCl (pH=7,00), 1 N KCl (pH=7,00), 2 N NaCl (pH=7,00), 1 N NaCl (pH=7,00), %10 NaCl (pH=2,5), $\text{CH}_3\text{COONa} - \text{CH}_3\text{COOH}$ (pH=4,8) ve 1 N CH_3COONa (pH=3,0) ekstraksiyon çözeltileri ile 1:10 toprak:çözelti oranı ile ekstrakte etmişlerdir. Ekstrakt çözeltilerinde NH_4^+ belirlemeleri buhar destilasyon yöntemi ile yapılmıştır. Araştırma sonucunda farklı derişimlerdeki KCl çözeltileri arasında bir fark olmadığı, bu durumun 1 M NaCl ve 2 M NaCl kullanılması

durumunda da geçerli olduğunu tespit etmişlerdir. Araştırmada %10 NaCl, Morgan çözeltisi ve 1 N CH₃COONa (pH=3,0) çözeltilerinin kullanılması durumunda ise NH₄-N değerlerinin birbirinden farklılaştığını ve 1 N CH₃COONa (pH=3,0) çözeltilisinin kullanımı sonucunda bulunan NH₄-N miktarlarının en yüksek düzeyde olduğunu rapor etmişlerdir.

Kuderna et al. (1992), Leibnitz-Almanya tarla tarımı yapılan alanlardan aldığı toprak örneklerinin NO₃⁻ içeriklerini farklı ekstraksiyon yöntemleri (0,5 M K₂SO₄, 0,0125 M CaCl₂ ve 1 M KCl) sonrası UV absorpsiyon metodunu (210 nm) ile ölçmüştür. Araştırmacılar yöntemler arasında önemli bir fark olmadığını, ancak 0,0125 M CaCl₂ ile diğer iki yöntemle oranla daha düşük nitrat değerleri elde edildiğini rapor etmektedir.

Schachtschabel et al. (1989) ve Wehrmann and Scharpf (1979) bitkileri yetiştiriciliğinde topraklarda NH₄-N miktarının NO₃-N miktarına göre çok düşük olması nedeni ile yalnızca NO₃-N belirlemesinin yeterli olabileceğini ve bu çerçevede 0,0125 M CaCl₂ yönteminin kullanılabileceğini bildirmektedirler.

2.3.1.8. Alınabilir Fosfor (P) Analizleri:

Toprakların toplam P içeriği genel olarak 200-5000 mg/kg arasında değişmekte olup ortalama 600 mg/kg'dır (Lindsay, 1979). P toprakta organik ve inorganik formlarda bulunabilmektedir. Fosfor toprakta N ve S'de olduğu gibi herhangi bir indirgenme veya yükseltgenmeye maruz kalmamaktadır. (Mengel, 1991; Schachtschabel et al., 1984).

Toprakta P; Ca-fosfatlar, adsorbe edilmiş fosfatlar, zor çözünür fosfatlar ve organik fosfat bileşikler şeklinde bulunmaktadır. Organik fosfatların toplam P içindeki payı %20-80 arasında değişim göstermektedir. Ca-fosfatların topraktaki varlığı/oluşumu ve çözünürlüğü üzerinde toprağın Ca derişimi ve pH değeri önemli bir etkiye sahiptir. Toprağın Ca derişimi ve pH değeri yükseldikçe, Ca-fosfatların suda çözünürlüğü azalış göstermektedir (Mengel, 1991; Schachtschabel et al., 1984).

Toprakların bitki besleme açısından önem taşıyan P fraksiyonu alınabilir/faydalı veya yarıyışlı P olarak tanımlanmaktadır. Buna göre alınabilir P tanımı, suda, asitte ve alkalide çözünür P formlarının toplamını kapsamaktadır (Bkz. Çizelge 2.13.).

Çizelge 2.13. Bitki tarafından alınabilir P tayininde kullanılan bazı ekstraksiyon yöntemleri (Özbek, 1971).

Metodun Adı	Ekstrakt Çözeltisi	Toprak: Çözelti Oranı	Çalkalama Süresi (dk)
Truog metodu, 1930	0,02 N H ₂ SO ₄ +(NH ₄) ₂ SO ₄ (pH=3,0)	1:200	0,50
Egner, 1941	0,2 N Ca-laktat+0,01 N HCl (pH=3,7)	1:50	120
Peech and English, 1944	CH ₃ COOH+CH ₃ COONa	1:5	30
Doppel laktat, 1944	0,4 N Ca-laktat+0,01 HCl (pH=3,6)	1:50	90
Bray ve Kurtz No.1, 1945	0,025 N HCl+0,03 N NH ₄ F	1:7	1
Bray ve Kurtz No.2, 1945	0,1 N HCl+0,025 N NH ₄ F	1:7	0,66
Hellige and Truog (M), 1947	0,3 N HCl	1:2,3	1
Truog metodu (M), 1947	0,002 N H ₂ SO ₄ +(NH ₄) ₂ SO ₄	1:100	30
Seatz metodu, 1949	0,1 N H ₂ SO ₄ +0,03 N NH ₄ F	1:7	0,66
Bingham 1949	H ₂ O	1:10	15
Olsen et al., 1954	0,5 M NaHCO ₃	1:20	30
Miller and Axley, 1956	0,3 N H ₂ SO ₄ +0,03 N NH ₄ F	1:7	5
Smith et al., 1957	0,1 N HCl	1:7	5
Smith et al., 1957	0,025 N HCl+0,03 N NH ₄ F	1:100	1
Welch et al., 1957	0,05 HCl+0,025 N H ₂ SO ₄	1:4	5
Chumachenko metodu, 1958	%2 (NH ₄) ₂ CO ₂	1:20	5
Grewelling ve Peech, 1960	CH ₃ COONa+CH ₃ COOH (pH=4,8)	1:5	30
Kacar metodu, 1964	0,06 N H ₂ SO ₄ +0,03 N NH ₄ F	1:7	5

Geçmişten günümüze kadar toprakta alınabilir P analizlerinde ekstraksiyon ve ölçüm için çok sayıda çalışma yapılmıştır (Özbek 1973; Kacar,1964; Hakerlerler, 1979; Soltanpour and Schwab, 1977; Mehlich, 1978; Schüller, 1969; Brookes et al., 1982). Bu çalışmalar incelendiğinde farklı ülkelerde ve farklı özellikteki topraklar için çok sayıda farklı ekstraksiyon yöntemi kullanıldığı ve Mehlich III ve AB-DTPA örneğinde olduğu gibi her geçen gün bunlara yenilerinin eklendiği görülmektedir.

2000’li yılların başına kadar toprakta P analizlerinde, ekstraksiyondan sonra kolorimetrik (spektrofotometrik) yöntem ile belirleme/ölçüm yapılmaktaydı. Bu çerçevede 1960 yılına kadar P analizlerinde renklendirme yöntemi olarak SnCl₂ yöntemi kullanılmaktaydı.1960’lı yıllardan sonra Murphy-Riley (1962) tarafından önerilen renklendirme yönteminin devreye girdiği izlenmektedir.2000’li yıllardan sonra klasik spektrofotometrik ölçüm yöntemlerine ilave olarak toprakta P analizlerinde ICP-OES cihazları ile ölçüm de devreye girmiştir. ICP-OES cihazları ve genel özelliklerine alınabilir alkali elementlerin belirlenmesi kısmında değinilecektir.

Toprak örneklerinin ekstraksiyonundan sonra çözeltide bulunan fosforun nicel olarak belirlenmesi sırasında spektrofotometrik renklendirme metotlarının

kullanımı durumunda spektrofotometre adı verilen analitik cihazlar kullanılmaktadır. Bu cihazların çalışma prensibi ve özellikleri aşağıda açıklanmaktadır.

Çizelge 2.14. Gediz Havzası Rendzina topraklarında alınabilir P miktarlarının belirlenmesinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Atalay vd., 1986).

Yazar	Ekstrakt Çözeltilisi	Toprak/ Çözelti Oranı	Çalkalama Süresi (dk)
Thun et al., 1955	Morgan Yöntemi (pH= 4,80)	1:10	1
Schmehl and Jackson, 1957	H ₂ O	1:2	-
Nelson, 1959	0,5 N HN ₄ Cl+0,25 N HCl	1:5	15
Woodruff and McIntosh, 1960	0,01 M CaCl ₂	1:16	60
Pratt, 1965	1 N HNO ₃	1:10	15
Conyers and McLean, 1969	0,5 N Mg(OAc) ₂	1:10	60
Conyers and McLean, 1969	0,5 N HCl	1:10	120
Aydeniz, 1971	1 M (NH ₄) ₂ CO ₃ (pH=8,60)	1:10	15
Nielsen, 1972	0,5 N NH ₄ OAc	1:5	60
Quemener, 1974	0,05 N NaTPB	1:200	-
Soltanpour and Schwab, 1977	1 M NH ₄ HCO ₃ +0,005 M DTPA (pH=7,60)	1:2	15
Atalay vd., 1986	0,5 N NH ₄ OAc (M)	1:10	30
Atalay, 1986	0,2 N HCl (M)	1:10	30

1-Ekstraksiyon Metodu Geliştirilmesi ve Seçimi: Ekstraksiyon metodunun geliştirilmesinin tarihi gelişiminden daha önce söz edilmişti (Özbek,1973, Kacar, 1964). İdeal ekstraksiyon metodunun seçimine ilişkin ise dünyada ve ülkemizde bölgeler ve hatta büyük toprak grupları bazında çok sayıda çalışma yapılmıştır (Özbek,1973, Kacar,1964; Çelebi, 1967; Güner 1968; Kılınç,1978, Hakerlerler, 1979). Bu çalışmaların ortaya çıkardığı ortak sonuç, ekstraksiyon çözeltisi seçiminde toprak pH'sının en önemli kriter olduğu ve toprak reaksiyonu (pH) ile ekstrakt çözeltisinin benzeşimi ilkesidir. Ayrıca aynı ekstraksiyon yöntemi ile olabildiğince fazla bitki besin elementinin ekstraksiyonun başarılabilmesi de ekonomik açıdan önemli bir gösterge olarak kabul edilmektedir (Vocasek and Friedericks, 1994)

2-Ölçüm: Alınabilir P analizlerinde ölçüm metodu için spektrofotometrik ve ICP ile olmak üzere 2 seçenek bulunmaktadır. Spektrofotometrik metotlarda genelde vanadomolibdat sarı ve vanadomolibdat mavi renk metotları kullanılmaktadır. Sarı renk yönteminde duyarlılığın az olması nedeniyle daha çok bitki örneklerinin analizinde kullanılması uygun olduğu görüşü hakimdir (Kowalenko and Babuin, 2007; Gupta et al., 1993).

Soltanpour et al. (1979), ICP-OES tekniğinin ilk kez 1 M NH_4HCO_3 +DTPA (AB-DTPA) ekstraksiyon yöntemi için kullanıldığını; tekniğin toprak örneklerinde inorganik ve organik fosfat türlerinin tamamının başarılı bir şekilde belirlenmesine imkân sağladığını belirtmektedirler.

3-İnterferans ve Girişimlerin önlenmesi: Toprakta alınabilir P analizlerinde organik madde, renk ve bulanıklık en önemli problemlerin başında gelmektedir. Organik madde ve dolayısı ile renk problemi aktif kömür, bulanıklık ise santrifüj ile giderilmeye çalışılmaktadır. P analizlerinde interferanslar ve bunların önlenmesi ile ilgili çok sayıda çalışma yapılmıştır (Kowalenko and Babuin, 2007; Gupta et al., 1993).

4-Uygulamada Karşılaşılan Güçlükler: Karbonat içeren ekstrakt çözeltilerinin (Olsen ve AB-DTPA vb.) ICP ile okunmalarında problemler çıktığı belirtilmektedir (Torch ömrünün kısalması). Bu tip ekstrakt çözeltilerinde, ICP ile P ölçüm işlemlerinden önce kimi önlem ve uygulamaların yapılması önerilmektedir (Kowalenko and Babuin, 2007).

5-Değerlendirme: P ekstraksiyonunda kullanılan yöntemlerin önemli bir bölümü için değerlendirme kriterleri (referans değerler) mevcuttur. Bununla birlikte bu kriterlerin güncellenmesinin gerekip, gerekmediği tartışılan bir konudur.

Literatürde, toprakların alınabilir P analizlerinde kullanılan yöntemlerin karşılaştırılmasına ilişkin çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Yöntem maliyetlerinin karşılaştırılması ile ilgili çalışmalar ise sınırlıdır.

Kleinman et al. (2001), ABD’de faaliyet gösteren 9 farklı laboratuvarın ortak çalışması ile yapılan bir araştırmada (24 örnek), 6 farklı P ekstraksiyon yöntemi (Bray-1, Mehlich-3, Olsen, Fe-strip, resin capsül ve resin membran) karşılaştırılmıştır. pH değerleri 4,2 - 8,6 arasında değişen ve ortalama 6,2 pH değerine sahip topraklarda farklı P analiz yöntemleri arasında önemli ilişkiler [$\text{Mehlich-3 P} = 14,8 + 1,54 \cdot \text{Olsen P}$ ($r=0,84$, $p<0,001$), $\text{Olsen P} = 5,69 + 0,46 \cdot \text{Mehlich-3 P}$ ($r=0,84$, $p<0,001$)] elde ettiklerini rapor etmişlerdir.

Kadeba and Boyle (1978) 30 farklı orman toprağında alınabilir P analizinde 6 ekstraksiyon yöntemini (0,002 N H_2SO_4 + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, Bray-Kurtz, Olsen, 1 N NH_4OAc (pH=4,8, CH_3COOH), anyon değiştirebilen resin ve H_2O ekstraksiyonu) kullanarak toprakların P içeriklerini Saunders and Williams, (1955)’in önerdiği

spektrofotometrik metotla belirlemişler ve değerleri karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda Bray P ile Olsen P arasında önemli ilişki ($r=0,652$, $p<0,01$) saptanmıştır.

Katterings et al. (2001), ABD’de 235 toprak örneğinde Morgan, Modifiye Morgan ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemleri ile alınabilir P içeriklerini belirlemişlerdir. Araştırma sonucunda Morgan P (ppm) = $0,90 * \text{Modifiye Morgan P (ppm)}$ şeklinde ifade edilen bir ilişki bulunduğu, benzer ilişkilerin Mehlich 3 yöntemi içinde geçerli olduğu bildirmektedir.

Labhsetwar and Soltanpour (1985), ABD’de bir gübreleme denemesine ait 11 toprak örneğinde farklı yöntemler (NH_4HCO_3 -DTPA; Olsen, CaCl_2 ve Na_2 -EDTA) ile ekstraksiyon yapmış ve ölçümleri ICP-OES ile gerçekleştirmişlerdir. Araştırmada ayrıca Olsen yöntemi ile ekstraksiyonlarda P analizi Spektrofotometrik olarak ta yapılmıştır. Araştırmada Olsen yöntemi ile ekstraksiyondan sonra ICP_OES ile ölçümde ortalama 12,4 ppm, Spektrofotometrik ölçümde ise ortalama 10,7 ppm P belirlenmiştir. Araştırmacılar 2 ölçüm yöntemi arasındaki farkın, Olsen ekstraksiyon yönteminde organik P fraksiyonunun da ekstrakte edilmesi, bununla birlikte spektrofotometrik ölçümde yalnızca inorganik P bileşiklerinin, buna karşılık, ICP-OES tekniğinde ise ekstraksiyon çözeltisine geçmiş tüm P bileşiklerinin belirleniyor olmasına yorumlamışlardır.

Maguire and Sims (2002), ABD’nin Delmarva yarımadasındaki 5 toprak grubundan alınan toprak örneklerinde suda çözünebilir P ($\text{P}_{\text{H}_2\text{O}}$) ve Mehlich 3 (P_{Meh3}) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda $\text{P}_{\text{H}_2\text{O}}$ ve P_{Meh3} ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli ilişki ($r=0,82$, $p<0,001$) olduğu belirlenmiştir.

Matejovic and Durackova (1994), Slovakya’da 0-20 ve 0-40 cm derinlikten aldıkları toplam 84 toprak örneğinde alınabilir P analizlerini Olsen ve Mehlich 3 yöntemleri ile yapmışlardır. Spektrofotometrik ölçümün yapıldığı çalışmanın sonucunda Olsen yöntemi ile ortalama 68,47 ppm, Mehlich 3 yöntemi ile de ise 313,42 ppm P bulunduğu ve 2 yöntem arasında Olsen P = $-2,990 + 0,137 * \text{Mehlich 3 P}$ ($r = 0,841$) şeklinde ifade edilen önemli ilişki olduğu saptanmıştır.

Orphanos (1978), Güney Kıbrıs’ta toprakların yarayışlı P içeriklerini belirlemek amacıyla Bingham ve Olsen yöntemlerini karşılaştırmıştır.

Spektrofotometrik olarak ölçümün yapıldığı araştırmanın sonucunda yöntemler arasında önemli ilişki ($P_{\text{Bingham}} = -1,04 + 1,08 \cdot P_{\text{Olsen}}$; $r=0,94$) saptanmıştır.

Laak et al. (2018), genel anlamda toprakta alınabilir P analizlerinde çok sayıda ekstraksiyon metodunun kullanıldığını, Almanya’da kalsiyum-asetat-laktat yöntemi ile çifte-laktat (doppel laktat) yöntemlerinin standart yöntemler olduğunu bildirilmektedir. Araştırmacı aynı topraklarda 2 yöntem arasında fark olup olmadığı ilgili araştırma sayısının az olduğunu, bu yönde yapılmış çalışmalarda birbiriyle çelişen sonuçların alındığını rapor etmektedir. Bu çerçevede 136 toprak örneği ile gerçekleştirilen bir çalışmada, DL yöntemiyle elde edilen yarıyıllık P değerlerinin CAL yöntemine kıyasla %30 daha yüksek olduğunu, ekstraksiyon yöntemleri arasındaki farkın toprakların pH değerleri ile CaCO_3 içerikleri ile de yakından ilişkili olduğunu rapor etmektedirler.

Roger et al. (2014), Freiburg-İsviçre’de farklı büyük toprak gruplarına ait toplam 6125 adet toprak örneğinde alınabilir P için P_{AAE10} , P_{Olsen} ve $P_{\text{H}_2\text{O}}$ yöntemlerini uygulamışlar ve spektrofotometrik ölçüm yapmışlardır. Araştırma sonucunda P_{AAE10} yöntemiyle 1,9-139,1 ppm ve ortalama 66,8 ppm, P_{Olsen} yöntemiyle 6,5-158,1 ppm ve ortalama 38,3 ppm ve $P_{\text{H}_2\text{O}}$ yöntemiyle ise 0,2-31,1 ppm ve ortalama 6,3 ppm P belirlenmiştir.

Soltanpour and Schwab (1977), alkalın reaksiyonlu topraklarda makro ve mikro bitki besin elementlerinin aynı anda ekstraksiyonuna imkân sağlayabilecek yeni bir toprak ekstraksiyon yöntemi olan AB-DTPA yöntemi ile Olsen ekstraksiyon yöntemini karşılaştırmışlardır. Ölçümün spektrofotometrik olarak yapıldığı çalışmanın sonunda 2 yöntem arasında $P_{\text{ABDTPA}} = -0,626 + 0,514 \cdot P_{\text{Olsen}}$ ($r=0,847$, $p<0,01$, $n=481$) şeklinde ifade edilen önemli ilişki bulunduğunu bildirmektedirler.

Wuenschel et al. (2015), 50 adet toprak örneğinde 4 farklı P ekstraksiyon yönteminin karşılaştırmışlardır. Spektrofotometrik, molibdofosforik asit mavi renk metodu ile ölçümlerin yapıldığı çalışmanın sonucunda P değerlerinin yöntemlere göre $P_{\text{H}_2\text{O}} < P_{\text{Olsen}} < P_{\text{CaLaktat}} < P_{\text{Meh3}}$ şeklinde sıralandığı belirlenmiştir.

Zalba and Galantini (2007), Buenos Aires-Arjantin’de farklı büyük toprak gruplarından (Hapludoll, Haplustoll ve Entisol) alınan 101 adet toprak örneğinde Bray-Kurtz 1; Amonyum Laktat ($P_{\text{AmonyumLaktat}}$) ve Olsen ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Çalışmada ortalama P içeriklerinin $P_{\text{AmonyumLaktat}}$ yönteminde

28,8 ppm, P_{Bray1} 'de 17,0 ppm ve P_{Olsen} 'de ise 22,9 ppm olduğu ve sıralamanın $P_{Bray1} < P_{Olsen} < P_{AmonyumLaktat}$ olduğu rapor edilmiştir.

Zbiral and Nemec (2002), Çek Cumhuriyeti'nde 1137 adet toprak örneğinde 6 farklı alınabilir P ekstraksiyon yöntemini (Mehlich 3- P_{Meh3} , Mehlich 2- P_{Meh2} , CAL- $P_{CaLaktat}$, Olsen- P_{Olsen} , 0,01 M $CaCl_2$ - P_{CaCl_2} ve Egner- P_{Egner}) incelemişlerdir. Araştırmada elde edilen ortalama P değerlerinin; P_{Meh3} yöntemi ile 91 ppm, P_{Meh2} yöntemi ile 68 ppm, P_{Egner} yöntemi ile 57 ppm, $P_{CaLaktat}$ yöntemi 74 ppm, P_{Olsen} yöntemi ile 36 ppm ve P_{CaCl_2} yöntemi 1,20 ppm P olduğu rapor edilmektedir.

Adesanwo et al. (2013), Kanada'nın Monitoba bölgesinden gübrelenmiş (30 adet) ve gübrelenmemiş (30 adet) alanlardan 60 adet yüzey (0-15cm) toprak örneğinde Mehlich 3 (M3-P), Olsen (Ols-P), $CaCl_2$ ($CaCl_2$ -P) ve H_2O (W-P) yöntemleri ile P analizleri yapmışlardır. Araştırmada Murphy and Riley (1962) tarafından önerilen kolorimetrik molibdofosforik asit mavi renk metodu (P_{Kol}) ve ICP-OES ile ölçüm yapılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre ekstraksiyon çözeltilerinin topraktan P ekstre etme yeteneklerinin Mehlich 3> Olsen> Su> $CaCl_2$ şeklinde sıralandığı belirlenmiştir. Ölçüm teknikleri arasındaki farkın ekstraksiyon çözeltilerine bağlı olarak değiştiği belirlenmiştir.

Soltanpour et al. (1979), ABD'nin Colorado eyaletinde pH değerleri 7,1-8,2 arasında değişen toplam 26 adet toprak örneğinin alınabilir P içeriklerini AB-DTPA ile ekstraksiyon yönteminden sonra spektrofotometrik ve ICP-OES ile belirlemişlerdir. Araştırma sonuçlarına göre spektrofotometrik ölçüm tekniği ile belirlenen ortalama P değerinin 14,7 ppm, ICP-OES ile belirlenen ortalamanın ise 16,8 ppm P olduğu bildirilmektedir. 2 yöntem arasında $ICP-OES-P = 1,90 + 1,01 \cdot \text{Spektrofotometrik-P}$ şeklinde ifade edilen bir ilişkisi olduğu da rapor edilmektedir.

Young et al. (2017), ABD'de 414 adet toprak örneğinde alınabilir P analizleri için Morgan ekstraksiyon yöntemi kullanmış ve elde edilen ekstraktlarda Spektrofotometrik (MP-Color) ve ICP (MP-ICP) ölçümler yapmışlardır. Araştırma sonuçlarına göre ölçüm metotları arasında önemli bir fark bulunmadığı belirtilmektedir. ($MP-Color P = 1,4904 + 1,0131 \cdot MP-ICP P$ (n=414)).

2.3.1.9. Alınabilir Potasyum (K), Kalsiyum (Ca), Magnezyum (Mg) ve Sodyum (Na) Analizleri

2.3.1.9.1. Alınabilir Potasyum (K):

Yerkabuğunun K içeriği yaklaşık %3'tür (Mengel, 1991). Toprakların toplam K içeriği ise %0,04-3,0 arasında değişmektedir. Toprakların toplam k içerikleri, kayaç ve minerallerin yapısında bulunan (yararlanılmaz K formu), kil minerallerin tabaka paketleri arasında sıkışmış/fikse olmuş K (güç yararlanılabilir K), değişebilir formda ve suda çözünür formdaki K'dan oluşmaktadır. Toplam K'un yaklaşık % 2'lik kısmı toprak çözeltisi içerisinde çözünmüş halde ve değişebilir formda bulunmaktadır (Helmke and Sparks, 1996) Bu formlardan bitkilerin yararlanma sırası toprak çözeltisindeki K^+ > değişebilir haldeki K^+ > fikse K^+ > minerallerin strüktüründe bulunan K^+ şeklindedir (Helmke and Sparks, 1996).

Topraklarda alınabilir K analizleri ekstraksiyon ve ölçüm (Alev Fotometresi, Atomik Absorbsiyon, ICP ve İyon Kromatografisi) olmak üzere 2 aşamada gerçekleştirilmektedir. Toprakların alınabilir K analizlerinde yaygın olarak kullanılan yöntemler Çizelge 2.15.'de verilmiştir.

Çizelge 2.15. Toprakta alınabilir K analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Atalay, 1982; Atalay vd, 1986).

Araştırmacı	Ekstrakt Çözeltisi	Toprak/ Çözelti Oranı	Çalkalama Süresi (dk)
Thun et al., 1955	Morgan Yöntemi; pH= 4,8	1:10	1
Schmehl and Jackson, 1957	H ₂ O	1:2	-
Nelson, 1959	0,5 N HN ₄ Cl+0,25 N HCl	1:5	15
Woodruff and McIntosh, 1960	0,01 M CaCl ₂	1:16	60
Pratt, 1965	1 N HNO ₃	1:10	15
Conyers and McLean, 1969	0,5 N Mg(OAc) ₂	1:10	60
Conyers and McLean, 1969	0,5 N HCl	1:10	120
Aydeniz, 1971	1 M (NH ₄) ₂ CO ₃ ; pH=8,6	1:10	15
Nielsen, 1972	0,5 N NH ₄ OAc	1:5	60
Quemener, 1974	0,05 N NaTPB	1:200	-
Soltanpour and Schwab, 1977	1 M NH ₄ HCO ₃ +0,005 M DTPA; pH=7,6	1:2	15
Atalay vd., 1986	0,5 N NH ₄ OAc (M)	1:10	30
Atalay, 1986	0,2 N HCl (M)	1:10	30

Toprakların alınabilir K içeriklerini belirlemede kullanılan en eski yöntemlerden biri Morgan yöntemidir. Orijinal Morgan yöntemi ilk kez Dr. M. F. Morgan tarafından 1935 tarihinde önerilmiştir. Morgan yöntemi süreç içerisinde

modifiye edilerek kullanılmaya başlanmıştır. Nitekim orijinal Morgan yönteminde ekstraksiyon için 0,72 N NaOAc + 0,52 N CH₃COOH (pH=4,8) çözeltisi kullanılırken Modifiye Morgan yönteminde 0,62 N NH₄OH + 1,25 N CH₃COOH (pH=4,8) çözeltisi kullanılmıştır (McIntosh ,1969).

1935’li yıllardan günümüze kadar toprakta alınabilir K ekstraksiyonu için çok sayıda yöntem denenmiş ve önerilmiştir. Günümüzde K ile birlikte diğer besin elementlerinin (P, Ca ve Mg vd.) ekstraksiyonuna imkân sağlayan AB-DTPA, Mehlich III gibi ekstraksiyon yöntemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. (Morgan, 1935; McDonald et al., 1978; Soltanpour and Schwab, 1977).

Toprakların alınabilir K sağlama kabiliyetlerinin belirlenmesinde ağırlıklı olarak NH₄⁺ içeren nötr reaksiyonlu bir çözelti ile ekstraksiyonun yeterli olduğu kabul edilmektedir. 1 N NH₄OAc (pH=7,0) çözeltisi toprakta bulunan kil mineralleri ve organik maddenin adsorbsiyon yüzeylerinde tutulmakta olan K⁺ iyonlarının desorpsiyonunu sağlayarak değişebilir K miktarının belirlenmesine imkân sağlamaktadır (Sardi and Debreczeni, 1992; Sarkar and Patra, 2017). Nötr 1 N NH₄OAc yöntemi toprakların değişebilir K elementi dışında değişebilir Ca, Mg ve Na element içeriklerinin belirlenmesi içinde kullanılan bir ekstraksiyon yöntemidir. Bu yöntem aynı zamanda toprakların KDK değerinin de belirlenmesinde kullanılabilmektedir (Brown and Warncke, 1998; Schmissek et al., 1998).

AB-DTPA yöntemi alkalın reaksiyonlu topraklarda alınabilir/yarayışlı bitki besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılmaktadır (Soltanpour and Schwab,1977; Soltanpour and Workman, 1979; Jones, 1990). AB-DTPA ekstraksiyon yöntemiyle K ile birlikte P, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn elementleri de ekstrakte edilebilmektedir (Hanlon and Johnson, 1984). AB-DTPA yönteminde ekstrakt çözeltisinin Ca içermesi nedeniyle bu yöntem Ca belirlmelerinde kullanılamamaktadır (Hanlon and Johnson, 1984).

Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemi asit ve nötr reaksiyonlu topraklarda alınabilir besin elementlerinin (P, K, Ca, Mg, Na, Fe, Cu, Zn ve Mn) belirlenmesi için önerilmektedir. (Mehlich, 1978; Hanlon and Johnson, 1984). Bazı araştırmacılar, dünyada rutin olarak kullanılan 1 N NH₄OAc (pH=7,0) yönteminin yerine Mehlich 3 yönteminin kullanılmasını önermektedirler (Jones, 1990; Schmissek et al. 1998).

Mehlich 3 ve nötr amonyum asetat (1 N NH_4OAc , $\text{pH}=7,0$) yöntemleri arasında K açısından fark olup olmadığı ile ilgili farklı bildirimler bulunmaktadır. Bu bağlamda Mehlich 3 yöntemi ile daha düşük sonuçlar alındığını, buna karşın Eckert and Watson (1996), 2 yönteminde topraktan aynı güçte K ekstrakte etme kabiliyetinde olduğunu bildirmektedirler.

Wang et al. (2004), Mehlich 3 ve 1 N NH_4OAc ($\text{pH}=7,0$) yöntemleri ile elde edilen sonuçların birbirine dönüşümünü inceledikleri çalışmada; analiz sonuçlarının toprak pH ve bünyesinden etkilenmediğini rapor etmişlerdir. Araştırmacılar 2 yöntem ile ekstrakte edilebilir majör katyonlar (K, Ca, Mg ve Na) arasında yüksek düzeyde korelasyonların bulunduğunu, bunda ekstraksiyon yöntemlerinin topraklarda aynı rezervler üzerinde etkin olduklarına işaret ettiğini bildirmektedirler.

Sumner and Miller (1996), toprakların KDK belirlenmesinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen Na, K, Ca ve Mg sonuçlarının, bu elementlerin değişebilir formdaki konsantrasyonlarına yakın olabileceği ve bu amaç ile de kullanılabileceğini bildirmektedirler.

NH_4^+ içeren ekstraksiyon çözeltilerinin, kireç içeren topraklarda kirecin çözünmesine yol açabileceği ve amonyum asetat çözeltisinin yüksek miktarda mika ve vermikulit içeren topraklarda değişebilir katyonların tamamını ekstrakte edemeyebileceği belirtilmektedir (Barshad, 1954a ve b; Sparks et al., 1996). NH_4OAc çözeltisinin ayrıca ara yüzeylerde bulunan Mg iyonlarını geri dönüşümsüz olarak desorbe edebildiği, bunun da daha yüksek değişebilir Mg değerlerinin bulunmasına yol açabildiği bildirilmektedir (Fisher, 1963).

Schachtschabel and Köster (1978) farklı kil içeriğine sahip topraklarda K belirlenmesi amacı ile farklı ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Bu çerçevede 1N NH_4OAc ($\text{pH}=7,00$) (K-AA) yöntemini referans (%100) kabul etmiş ve diğer yöntemleri [0,1 M HCl + 0,2 M Oksalik asit (K-HCl); Amonyum Laktat (K-AL); Çifte Laktat (K-DL); Ca-Laktat ekstraksiyon (K-CAL) ve CaCl_2 (K- CaCl_2)] bununla karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda yöntemler için bulunan oransal % K sonuçlarının toprakların kil içeriklerine göre değiştiğini, örneğin %16 oranında kil içeren topraklarda sırası ile %103, 104, 78, 71 ve 44 olduğunu bildirmektedirler. %24'ün üstünde kil içeren örneklerde en yüksek oransal K değerlerinin K-AA yöntemi elde edildiğini de rapor etmektedirler.

Alva (1993), farklı anaçlar üzerinde aşılı turunçgil bahçelerinde uzun yıllara dayanan kireçleme denemelerinin yapıldığı alanlardan toplam 118 adet toprak örneğinde Mehlich 3, Mehlich 1, NH_4OAc , NH_4Cl ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemleri K belirlemişlerdir. ICP-OES ile ölçümlerin yapıldığı çalışmada yöntemler arasında fark olduğu ve yöntemlerin AB-DTPA-K < NH_4OAc -K < Mehlich 3-K şeklinde sıralandıkları belirtilmektedir.

Bibiso et al. (2015), Etiyopya'da farklı pH değerleri (4,75-8,22) sahip toprakların (7 adet) değişebilir K içeriklerini 1 N NH_4OAc (AA-K) (pH=7,00); 0,01 M BaCl_2 (Ba-K), Mehlich 3 (Meh3-K) ve AB-DTPA (AB-K) ekstraksiyon yöntemleri belirlemişlerdir. Alev fotometresi ile yapılan ölçümler sonucunda yöntemler arasında önemli ilişkiler saptanmıştır [AA-K X Ba-K $r = 0,81^*$; AA-K X Meh3-K $r = 0,98^{**}$; AA-K X AB-K $r = 0,99^{**}$; AB-K X Ba-K $r = 0,86^*$; ve AB-K X Meh3-K $r = 0,95^*$]. Yöntemlere göre toprakların değişebilir K içeriklerinin AB-K < Ba-K < Meh3-K şeklinde sıralandığı rapor edilmektedir.

Grzebisz and Oertli (1993), İsviçre'nin kuzey-batı bölgesindeki tarım alanlarının Ap horizonundan aldıkları toprak örneklerinde değişebilir K içeriklerini NH_4OAc (AA-K), AB-DTPA (AB-K), Mehlich 3 (Meh3-K), Morgan (M-K) ve AAE10 (E10-K) yöntemleri ile ekstrakte etmiş ve AAS ile ölçmüşlerdir. Sonuçların AA-K (82) < M-K (105) < E10-K (180) < Meh3-K (189) < AB-K (204) şeklinde sıralandığı bildirilmektedir.

Jones and Piha (1989), Zimbabwe'de 72 adet toprak (pH; 4,3-7,7 ve KDK; 1,4-54,5 me/100 g) örneğinde değişebilir K belirlemede 1 N NH_4OAc (AA-K) ve Mehlich 3 (Meh3-K) ekstraksiyon yöntemlerini kullanmışlardır. İki yöntem arasında önemli ilişki ($r = 0,944^{**}$) saptanmıştır.

Kahveci ve Atalay (2010) Salihli ve Alaşehir yöresi bağ topraklarının alınabilir K analizlerinde kullanılacak yöntemleri sonuç ve maliyet açısından incelemişlerdir. 40 bağ alanında yürütülen çalışmada ekstraksiyon yöntemi olarak 1 N NH_4OAc ve 10 ayrı kimyasal K analiz yöntemi olmak üzere toplam 11 ekstraksiyon yöntemi kullanmışlardır. Araştırma sonucunda 1 N NH_4OAc (AA-K), AB-DTPA (AB-K) yöntemleri arasında önemli ilişkiler bulunmuştur. Çalışmada kimyasal madde maliyetinin AA yönteminde 98,12 TL/100 örnek ve AB yönteminde ise 21,92 TL/100 örnek olduğu ayrıca 0,5 M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (15,06 TL/100 örnek) ve 0,3 M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (9,03 TL/100 örnek) yöntemlerinin maliyet açısından en ekonomik yöntemler olduğunu bildirilmektedirler.

McDonald et al. (1978), 144 toprak örneğinde K ekstraksiyonu için Amonyum Asetat + Asetik Asit (AAAA-K) ve Morgan (M-K) yöntemlerini uygulamış ve ölçümleri AAS ile yapmışlardır. Araştırmanın sonucunda 2 yöntem arasında $M-K = 32,7 + 1,038 \cdot AAAA-K$ ($r=0,968^{**}$) şeklinde ifade edilen bir ilişki belirlenmiştir.

Michaelson et al. (1987) 360 adet toprak örneğinde Mehlich 3 (Meh3-K) ve 1 N NH_4OAc (AA-K) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir K değerlerinin Meh3-K yönteminde 19-181 (ort. 58) mg/kg, AA-K; 15-161 (ort. 58) mg/kg olduğu ve aralarında $Meh3-K = -1,6 + 1,04 \cdot AA-K$; ($r=0,95^{**}$) şeklinde ifade edilen bir ilişki bulunduğunu bildirilmektedirler.

Njukeng et al. (2013), Kamerun'da kauçuk bahçelerine ait 130 adet toprak örneğinde CAL ve AAE10 ile ekstraksiyondan sonra ICP-OES ile K belirlemişlerdir. Araştırma sonuçlarına göre $CAL-K < AAE10-K$ olduğu bildirilmektedir. Sonuçlar arasındaki farklılık, ekstraksiyon çözeltilerindeki NH_4^+ ve Ca^{+2} iyonlarının çapları arasındaki farka bağlı olarak desorbsiyon güçlerindeki farklılığa dayandırılmıştır.

Rodriguez-Suarez et al. (2008), İspanya'nın Galiçya bölgesinde 80 toprak örneğinde makro ve mikro bitki besin element içeriklerini farklı ekstraksiyon yöntemleri ile karşılaştırmışlardır. Çalışmada Mehlich 3, AAE10, Bray II, AB-DTPA, DTPA ve AA (1 N NH_4OAc , pH=7,0) ekstraksiyon yöntemlerini uygulamışlardır. Yöntemler arasında $Meh3-K < AAE10-K < AA-K < ABDTPA-K$ şeklinde bir sıralama olduğu saptanmıştır.

Wang et al. (2004), ABD'nin Louisiana eyaletinde farklı büyük toprak gruplarına ait toplam 317 adet toprak örneğinde K ekstraksiyonunu 1 N NH_4OAc (AA-K) ve Mehlich 3 (Meh3-K) yöntemleri ile yapmıştır. Çalışmanın sonucunda 2 yöntem arasında önemli ilişki ($r=0,950^{**}$) olduğu saptanmıştır.

Zhu et al. (2016), ABD'nin Florida eyaletinde farklı bitkisel üretim desenlerine ait 21 yüzey toprağının K analizlerini Mehlich 3 (Meh3) ve AB-DTPA (AB) ile ekstraksiyondan sonra AAS ile yapmışlardır. Mehlich 3 yöntemi ile 39-150 mg/kg ve ortalama 86 mg/kg K ve AB yöntemiyle ise 16-104 mg/kg ve ortalama 53 mg/kg K belirlemişlerdir. 2 yöntem arasında $Meh3-K = 15,3 + 1,3 \cdot AB-K$ ($r=0,98^{**}$) şeklinde tanımlanan bir ilişki bildirmektedirler.

2.3.1.9.2. Alınabilir Kalsiyum (Ca) ve Magnezyum (Mg):

Yer kabuğu ortalama %3,6 Ca içermektedir (Mengel, 1991). Toprakların Ca^{2+} içerikleri ana materyal ve iklime bağılı olarak değişkenlik göstermektedir (Mengel, 1991; Schachtschabel et al., 1984).

Topraklarda Mg elementinin dinamikleri K elementininkine benzerlik göstermektedir. K elementinde olduğu gibi Mg elementinin de kaynağı primer minerallerdir [Biotit (%7,6 Mg); Piroksen (%7,6 Mg); Amfibol (%7,8 Mg); Olivin (%28 Mg) ve Serpantin (%26 Mg)] Ayrıca Magnesit (MgCO_3) ve dolomit ($\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$)’de toprakta önemli Mg kaynaklarıdır (Mengel, 1991).

Toprakta Ca ve Mg analizleri de ekstraksiyon ve ölçüm olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır. Ekstraksiyon için literatürde farklı yöntemler önerilmekte ise de pratikte çoğunlukla K için de kullanılan ortak bir ekstraksiyon yöntemi kullanılmaktadır. Ekstraksiyondan sonra Ca ölçümlerinde alev fotometresi, AAS, ICP ve iyon kromatografisi kullanılmaktadır. Mg ölçümleri alev fotometresi hariç aynı ölçüm teknikleri ile yapılabilmektedir (Schilling, 2000).

Kireç (CaCO_3) ihtiva eden topraklarda Sr veya Ba içeren ekstraksiyon çözeltileri ile de katyon desorbsiyonunun gerçekleştirilebileceği belirtilmektedir. Bununla birlikte ekstraksiyon çözeltilerindeki Sr ve Ba iyonlarının karbonat ile çözünmez bileşikler oluşturması/oluşturabilmesi nedeniyle CaCO_3 ’ün çözünürlüğünün arttırılabileceği ve bunun da sonuçta daha yüksek Ca derişimleri ile pozitif yönde hataya yol açabileceği belirtilmektedir (Sparks et al., 1996).

Suarez (1996), toprakların değişebilir Ca ve Mg içeriklerinin yüksek derişimli Ba^{+2} çözeltileri ile ekstrakte edilebileceğini, bununla birlikte söz konusu ekstraksiyon yönteminin arid iklim koşulları altındaki topraklar için uygun olmadığını bu alanlarda Ca ve Mg gibi değişebilir katyonların Ba^{+2} yerine NH_4^+ içeren çözeltiler ile ekstraksiyonun gerektiğini rapor edilmektedir.

AAS ve Alev Fotometresi ile Ca ve Mg elementlerinin ölçülmesinde hava-asetilen gazı karışımı kullanılmaktadır. Bu tekniklerde potansiyel interferanslar stabil komplekslerin formasyonundan kaynaklandığı belirtilmektedir. Ekstraksiyon çözeltilerinde en önemli interferansların ise sülfat ve nitrat olduğu ve söz konusu interferansların örneklere yüksek derişimlerde La ilavesi ile giderilebildiği, Sr ’unda bu amaçla kullanılabileceği rapor edilmektedir (Suarez, 1996).

Ca ve Mg belirlemeleri sırasında olası interferansların elimine edilmesinde şelatlayıcı (EDTA vb.) maddelerin kullanımı ve alev sıcaklığının artırılması (N₂O gazı kullanımı) uygulamaları da bildirilmektedir (West and Cooke, 1960).

Alva (1993), farklı anaçlar üzerinde aşılı 118 turunçgil bahçesi toprağının alınabilir Ca içeriklerini belirlemede Mehlich 3, Mehlich 1, NH₄OAc, NH₄Cl ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerini kullanmışlardır. Nicel belirlemenin ICP-OES ile yapıldığı çalışmanın sonucunda, ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli farklılıklar olduğu (Mehlich 3; 19,1-6311,2 ve ortalama 663,44 mg/kg; NH₄OAc 1,5-2608,1 ve ortalama 346,66 mg/kg, AB-DTPA; 47,6-411,9 ve ortalama 203,19 mg/kg) tespit edilmiştir. Yöntemlerin topraktan değişebilir Ca ekstraksiyon güçlerinin AB-DTPA-Ca < NH₄OAc-Ca < Mehlich3-Ca şeklinde sıralandığı bildirilmektedir. Aynı çalışmada alınabilir Mg açısından ekstraksiyon yöntemleri arasında da AB-DTPA-Mg < NH₄OAc-Mg < Mehlich3-Mg şeklinde bir sıralamanın olduğunu bildirmektedir.

Bibiso et al. (2015), Etiyopya'da yaptıkları çalışmada alınabilir Ca ekstraksiyonunda 1 N NH₄OAc (AA-Ca+Mg) (pH=7,00), 0,01 M BaCl₂ (Ba-Ca+Mg), Mehlich 3 (Meh3-Ca+Mg) ve AB-DTPA (AB-Ca+Mg) yöntemlerini kullanmışlardır. Yöntemlerin AB-Ca < Meh3-Ca < Ba-Ca şeklinde sıralandığı bildirilmektedir. Ayrıca toprakta alınabilir Mg açısından kullanılan aynı yöntemler ile bulunan Mg miktarlarının AB-Mg < Meh3-Mg < Ba-Mg şeklinde sıralanmakta olduğu bildirilmektedir.

McDonald et al. (1978) pH değerleri 4,4-7,9 arasında değişen 144 toprak örneğinin değişebilir Ca içeriklerinin belirlenmesinde Amonyum Asetat + Asetik Asit (AAAA-Ca) ve Morgan (M-Ca) yöntemi kullanmışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında önemli ilişki olduğu saptanmıştır. M-Ca = 154,5 + 1,035*AAAA-Ca (r=0,987**).

Michaelson et al. (1987), özellikleri farklı 360 adet toprak örneğinde Mehlich 3 (Meh3-Ca) ve 1 N NH₄OAc (AA-Ca) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmacılar, yöntemler arasında önemli ilişki olduğunu; Meh3-Ca yönteminin, AA-Ca yöntemine göre %17 daha fazla Ca ekstrakte edilebildiğini, yöntemler arasında (Meh3-Ca = -66 + 1,22*AA-Ca; r = 0,99**) şeklinde tanımlanan bir eşitliğin olduğunu bildirmektedirler.

Rodriguez-Suarez et al. (2008), İspanya'nın Galiçya bölgesinde 80 adet toprak örneğinde alınabilir makro ve mikro bitki besin elementi içeriklerinin belirlenmesi amacı ile 5 farklı ekstraksiyon yöntemi (Mehlich 3, AAE10, Bray II, AB-DTPA, DTPA ve AA (1 N NH₄OAc, pH=7,0)) uygulamışlardır. Alınabilir Ca açısından yöntemlerin Meh3-Ca<AAE10-Ca<AA-Ca şeklinde sıralandığı saptanmıştır.

Wang et al. (2004), ABD'nin Louisiana eyaletinde farklı toprak gruplarına ait 317 örnekte alınabilir K ve Ca analizlerinde 1 N NH₄OAc (AA-Ca) ve Mehlich 3 (Meh3-Ca) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında önemli ilişki olduğu saptanmıştır (AA-Ca = 159,3 + 1,004*Meh3-Ca; r=0,948**).

FAO (1982), Türkiye'de değişebilir Ca içeriğinin buğday tarımı yapılan topraklarda 660-13160 mg/kg (ort.: 6408, n=249); mısır tarımı yapılan alanlarda ise 1290-10375 mg/kg (ort:5411, n=50) rapor etmektedir.

Gartley et al. (2002), ABD'nin Orta-Atlantik bölgesinde 300 adet toprak örneği ile yaptığı çalışmada, incelenen 5 ekstraksiyon yöntemi (Mehlich 1, Mehlich 3 (Meh3-Mg), Amonyum Asetat (pH=7,0) (AA-Mg), Bray P1 ve 0,1 N HCl) arasında önemli farklılıklar olduğu (AA-Mg<Meh3-Mg) ve aralarında AA-Mg = 1,94 + 0,95*Meh3-Mg (r=0,97*) şeklinde ifade edilen önemli bir ilişki olduğunu bildirmektedirler.

Hanlon and Johnson (1984), Oklahoma'da gübreleme denemeleri çerçevesinde yaptıkları çalışmada 1 N NH₄OAc (AA-Mg), Mehlich 3 (Meh3-Mg) ve AB-DTPA (AB-Mg) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmada yöntemler arasında önemli farklılıklar olduğu saptanmıştır.

Jones and Piha (1989 1 N NH₄OAc (AA-Mg) ve Mehlich 3 (Meh3-Mg) ekstraksiyon yöntemleri arasında değişebilir Mg açısından önemli ilişki (r=0,962**; n=72) olduğunu bildirmektedirler.

McDonald et al. (1978) 144 toprak örneğinde değişebilir Ca içeriklerinin belirlenebilmesi için Amonyum Asetat + Asetik Asit, pH=4,8 (AAAA-Mg) ve Morgan (M-Mg) yöntemi uygulanarak elde edilmiş ekstraktlarda AAS ile Mg ölçmüşlerdir.2 yöntem arasında önemli ilişki olduğu bildirilmektedir. M-Mg = - 11,3 + 1,074*AAAA-Mg (r=0,978**)

Michaelson et al. (1987) farklı özelliklere sahip 360 adet toprak örneği yaptıkları çalışmada Mehlich 3 (Meh3-Mg) ve 1 N NH₄OAc (AA-Mg) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda Meh3-Mg yöntemi ile 17-617(163), AA-Mg yöntemi ile 19-620(156) mg/kg Mg belirlendiği ve 2 yöntem arasında Meh3-Mg = -3,2 + 1,06*AA-Mg; (r=0,99**) şeklinde bir ilişki olduğu bildirilmektedir.

Rodriguez-Suarez et al. (2008), İspanya'nın Galiçya bölgesinde 80 adet toprak örneğinde Mehlich 3, AAE10, Bray II, AB-DTPA, DTPA ve AA (1 N NH₄OAc, pH=7,0) toprak ekstraksiyon yöntemlerini K, Ca ve Mg açısından karşılaştırmışlardır. Alınabilir Mg açısından yöntemler arasında fark olmadığı bildirilmektedir.

Wang et al. (2004), ABD'nin Louisiana eyaletinde 317 adet toprak örneğinin alınabilir Mg içeriklerini belirlemek üzere 1 N NH₄OAc (AA-Mg) ve Mehlich 3 (Meh3-Mg) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda iki yöntem arasında önemli ilişki olduğu saptanmıştır. AA-Mg = 13,34 + 0,998*Meh3-Mg (r=0,973**).

Kraske et al. (1989), Serada 6 toprak örneği ile yaptıkları denemelerde Amonyum Asetat (pH=7,0) ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mg açısından 2 yöntem arasında önemli fark olduğu (Mehlich 3 > AA) bildirilmektedir.

FAO (1982), Türkiye'de değişebilir Mg içeriğinin buğday tarımı yapılan topraklarda 70-1755 mg/lt (495, n=249); mısır tarımı yapılan alanlarda ise 95-1742 mg/lt (469, n=50) rapor etmektedir.

2.3.1.9.3. Alınabilir Sodyum (Na):

Yerkabuğunun Na içeriği yaklaşık %3,8'dir (Mengel, 1991). Toprakların Na içerikleri ise ortalama olarak %0,1-1 arasında değişim göstermektedir. Toprakta Na kolay çözünabilir Na tuzları şeklinde bulunmaktadır Toprakta yüksek düzeyde değişebilir Na'a daha çok sodyumca zengin alkali ve tuzlu topraklarda karşılaşılmaktadır (Schachtschabel et al., 1984).

Toprakların alınabilir Na elementi içeriklerinin belirlenebilmesinde çoğunlukla 1 N NH₄OAc (pH=7,0) yöntemi kullanılmaktadır 1 N NH₄OAc

(pH=7,0) yöntemi toprakların değişebilir K, Ca ve Mg ile birlikte alınabilir/değişebilir Na içerikleri ve KDK belirlenmesinde de çok kullanılan bir yöntemdir (Sumner and Miller, 1996; Raij, 1994).

Wang et al. (2004), ABD'nin Louisiana eyaletinde bulunan Alfisol, Entisol ve Vertisol büyük toprak gruplarının alınan toplam 317 yüzey (0-15 cm) toprak örneğinde Mehlich 3 ve 1 N NH_4OAc (pH=7,0) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. ICP-OES ile ölçümlerin yapıldığı araştırmanın sonucunda alınabilir/değişebilir Na içerikleri açısından 2 yöntem arasında $M3\text{-Na} = 0,90 + 0,724 \cdot \text{NH}_4\text{OAc-Na}$ şeklinde formüle edilebilen önemli bir ilişki bulunduğunu, Mehlich 3 yöntemi ile daha düşük Na sonuçları alındığını bildirmektedirler.

2.3.1.9.4. Alınabilir Kükürt (S):

Toprakta, kükürt inorganik ve organik (organik maddenin yapısında) olmak üzere 2 formda bulunmaktadır (Bergmann, 1993).

Topraklarda, 100-500 mg/kg S bulunmaktadır. Bu miktarın %50-70'i organik yapıda, geriye kalan %30-50'si ise inorganik formda bulunmaktadır (Bergmann, 1993; Neller, 1959; Williams and Steinbergs, 1959).

Mengel (1991), humid iklim koşullarındaki topraklarda S konsantrasyonun 1000-15000 mg/kg arasında değişebileceğini ve bunun yalnızca %3-5'lik bir bölümünün suda veya seyreltik asitlerde çözünür olduğunu rapor etmektedir.

Toprakta en önemli inorganik S bileşikler $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, ZnS ve FeS_2 'dür (Mengel, 1991). İnorganik S bileşikler daha çok arid iklim koşulları altındaki topraklarda ve yüksek konsantrasyonlarda görülmektedir. Toprakta bulunan ve inorganik fraksiyonun büyük bir bölümünü oluşturan SO_4^{2-} iyonu, toprak çözeltisinde çözünmüş halde, çökelmiş halde ve adsorbe edilmiş halde bulunabilmektedir (Mengel, 1991; Williams and Steinbergs, 1959).

Toprakta alınabilir S analizleri SO_4^{2-} analizi şeklinde yapılmakta ve bu amaçla çok sayıda ekstraksiyon yöntemi kullanılmaktadır (Bkz. Çizelge 2.16.). Kacar (1962), toprakta yarıyışlı S ekstraksiyonu için H_2O ; 0,1 N HCl; NaCl (%0,1); KH_2PO_4 (500 ppm P); 1 N NH_4Oac (pH=7); 0,1 M LiCl_2 ; 0,01 M $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ gibi çok sayıda yöntem kullanıldığını bildirmektedir. Bu yöntemlerin yanında 1 N NH_4OAc (Ensminger, 1954), NaHCO_3 (Kilmer and Nearing, 1960), soğuk ve

sıcak su (Spencer and Freney, 1960), seyreltilmiş alkali ve tuz çözeltileri (Williams and Steinbergs, 1959), ve $\text{NH}_4\text{HCO}_3\text{-DTPA}$ (Vaughan, 1991) yöntemlerinin de kullanıldığı rapor edilmektedir.

Çizelge 2.16. Toprakta alınabilir S analizlerine (örnek hazırlama, ekstraksiyon ve ölçüm) ilişkin detaylar (Bloem et al., 2002)

Yöntem/Parametre	İşlem/Donanım
Örnek hazırlığı (Toprak)	• Hava Kuru • Kurutma (105 °C) • İnce Öğütme • Taze
Ekstraksiyon Çözeltisi	• H_2O • CaCl_2 • LiCl • NH_4OAc • KH_2PO_4 • $\text{NaHCO}_3+\text{Na}_2\text{CO}_3$ • KCl • NH_4Cl • HCl • $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ • $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ • KNO_3
Ekstraksiyon Çözeltisi Derişimleri	• 0-1 M
Ekstraksiyon Süreleri	• 15 dk-24 saat
Toprak: Ekstraksiyon Çöz. Oranları	• 1:2-1:20
Ekstraksiyon sırasındaki koşullar	• Sıcaklık • Alkali Uygulama • Çalkalama • Santrifüj • Filtrasyon • Aktif karbon • Tekrarlı Perkolasyon • İyon değişimi • Membran • Perfüzyon sistemi
Nicel tayin metodu	• Türbidimetrik • Kolorimetrik • ICP • CEC • IC • AAS • HPLC

Tabatabai, (1996b) topraklarda SO_4^{2-} ekstraksiyonu için kullanılan yöntemler ve tarihçelerine [Su (Spencer and Freney, 1960; Fox et al., 1964; Walker and Doomenbal, 1972) ; tuz çözeltileri : % 0,15 CaCl_2 (Williams and Steinbergs, 1959; Barrow, 1961), 0.1 M LiCl (Tabatabai and Bremner, 1972a), 5 mM MgCl_2 (Roberts and Koehler, 1968), 500 mg/lt P olarak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ veya KH_2PO_4 (Fox et al., 1964; Jones et al., 1972) ve asidik çözeltiler; 0.5 M NH_4OAc + 0.25 M CH_3COOH , Bray P-1 (Rehm and Caldwell, 1968; Hoeft et al., 1973)] ilişkin detaylı bilgiler vermektedir.

Toprakların alınabilir SO_4^{2-} içeriğinin belirlenmesinde kullanılan yöntemlerin, tarla kalibrasyon denemeleri ile kalibrasyonun zor olduğu bildirilmektedir (Tabatabai, 1996b). Bu yönde yapılan çalışmalarda mevcut ekstraksiyon yöntemleri ile bitkilerin S içerikleri arasında zayıf ilişki olduğu ve S ekstraksiyonunda çözelti sıcaklığının arttırılması ile ekstrakte edilebilen SO_4^{2-}

konsantrasyonun artabileceği ve bu şekilde bitkinin S beslenmesi ile daha iyi ilişkiler sağlayabileceği belirtilmektedir (Tabatabai, 1996).

Williams and Steinbergs (1959), saksı denemeleri ile yaptıkları çalışmada toprakta S'ün ağırlıklı olarak organik formda bulunduğu koşullarda, sıcak NaCl ekstraksiyon yöntemi elde edilen S değerleri ile yulaf bitkisinin S kapsamı arasında önemli ilişki bulunduğunu rapor etmişlerdir.

Spencer ve Freney (1960), fosfat içeren bir ekstraksiyon çözeltisi kullanılması halinde, elde edilen S değerlerinin toprağın S sağlama potansiyelini daha iyi yansıtabileceğini bildirmektedirler.

Kilmer ve Nearpass (1960), NaHCO_3 (pH=8,5) çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilecek ekstraksiyon işlemi ile organik maddece adsorbe edilmiş SO_4^{2-} iyonlarının bir miktarının ekstrakte edilebileceğini ve bu nedenle toprakların S sağlama durumlarının tespitinde NaHCO_3 (pH=8,5)'ın alternatif bir yöntem olabileceğini belirtmektedirler.

Reisenauer et al. (1973), S ekstraksiyonunda çözelti seçiminin toprak pH'sına göre yapılması gerektiğini, bu bağlamda pH değerleri ≥ 7 ve CaCO_3 içeren topraklarda nötr tuz çözeltileri veya H_2O 'un, buna karşın asidik reaksiyonlu topraklarda fosfat içeren çözeltilerin uygulanmasının daha doğru sonuçlara yol açacağını bildirmektedirler.

Toprakların yarayırlı S içeriklerinin belirlenmesinde en çok kullanılan yöntemlerden biri de su ile ekstraksiyon yöntemidir. Bu yöntemin özellikle adsorbe durumdaki S'ün belirlenmesinde yetersiz kaldığı belirtilmektedir (Warman and Sampson, 1992).

CaCl_2 ekstraksiyon yöntemi ile toprakların yarayırlı S içeriklerinin belirlenmesinde tekrarlanabilirliğinin zayıf olduğu belirtilmektedir. (Bloem et al., 2002).

Toprakların yarayırlı S içeriklerinin belirlenmesinde özellikle fosfat ve Ca^{+2} içeren ekstraksiyon çözeltilerinin ön plana çıktığı belirtilmektedir. Fosfat içeren ekstraksiyon çözeltileri Ca^{+2} içeren ekstraksiyon çözeltilerine kıyasla topraktan daha çok SO_4^{2-} ekstrakte edebilmektedir. $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 'ün ekstraksiyon yönteminin, çoğunlukla toprakların alınabilir S içeriklerinin belirlenmesi için en uygun

ekstraksiyon yöntemi olarak seçildiği rapor edilmektedir. Buna neden olarak fosfat iyonlarının adsorbe durumundaki SO_4^{2-} iyonlarını desorbe etmesi ve Ca^{+2} iyonlarının toprak koloitlerini floküle etmesi gösterilmektedir. (Tabatabai, 1996b; Bloem et al., 2002).

Ekstraksiyon sonrası SO_4^{2-} ölçümleri için çok sayıda kantitatif analiz metodu bulunmaktadır. Bunlar; gravimetrik, MB (metilen mavisi), nefolometrik, titrimetrik, spektrofotometrik, türbidimetrik X-ray, floresans spektroskopisi, AAS, IC (İyon Kromatografisi) ve ICP-OES metotlarıdır (Tabatabai, 1996). Pratikte bu amaçla en yaygın kullanılan yöntemler türbidimetrik ve ICP-OES ile yapılan ölçümlerdir.

Kükürt ölçüm yöntemlerinde, tekrarlanabilirlik ve performans problemleri (sinyal sapması ve değişimi ile analitik duyarlılık farklılıkları gibi) olabileceği rapor edilmektedir (Wall et al., 1980).

Vendrell et al. (1990), SO_4^{2-} -S belirlemelerinde mono kalsiyum fosfat ile ekstraksiyonda ölçümün türbidimetrik metot ile yapılması durumunda metodun tekrarlanabilirliğindeki problemlerden dolayı sağlıklı sonuçların alınamayabileceğini rapor etmektedir.

Türbidimetrik S analizlerinde, ekstrakta BaCl_2 ilavesi ile BaSO_4 kristallerinin oluşumuna çok sayıda faktörün (zaman, sıcaklık, örnek pH'sı, BaSO_4 kristallerinin tanecik büyüklükleri, tanecik kalitesi, aşı solüsyonu ilavesi sonrasında örneğin karıştırılma şekli ve zamanı, ortamda interferansa yol açma potansiyeli bulunan katyon ve anyonların varlığı ile konsantrasyonları ve örneğin organik madde içeriği) etki edebileceği rapor edilmektedir (Vendrell et al., 1990).

ICP-OES ile S ölçümlerinde, aynı ekstraksiyon çözeltisinde S ile birlikte farklı elementlerinde belirlenmesi mümkün olabilmektedir. Bu yönüyle ICP-OES tekniği, türbidimetrik S belirlemelerinde olumsuz etki yapan faktörlerin eliminasyonunu sağlayarak avantaj sağlamaktadır (Vendrell et al., 1990).

Shirisha et al., (2010) toprakta alınabilir S belirlemelerinde türbidimetrik ve ICP-OES ile ölçümlerin karşılaştırıldığı çalışmalara ihtiyaç olduğunu belirtmektedir.

Toprakta S belirlemelerinde spektrofotometrik metotlar kolorimetrik ve türbidimetrik ölçüm metotlarının doğruluğunun özellikle SO_4^{-2} konsantrasyonun 10 ppm'in altında olduğu koşullarda olumsuz etkilendiği rapor edilmektedir (Tabatabai, 1982; Irwin and Lavkulich, 1997).

Bettany and Halstead (1972), nefolometrik S analizlerinin özellikle düşük S konsantrasyonlarının belirlenmesinde daha iyi sonuçlar verdiğini rapor etmişlerdir.

Toprak ve bitkide S (toplam veya $\text{SO}_4\text{-S}$) analizlerinde klasik türbidimetrik yöntem ile birlikte ICP-OES, ICP-MS, elementel analiz sistemleri (TCD veya IR detektör), IC (iyon kromatografisi) gibi enstrümantal aletlerin kullanıldığını ve her bir metodun kendine özgü avantaj ve dezavantajlarının bulunduğu belirtilmektedir (Esmel et al., 2010; Tabatabai, 1982;1996).

Williams and Steinbergs (1962), farklı pH (4,95- 6,48)'ya sahip 28 toprak örneğinin ekstrakte edilebilir S içeriklerinin belirlenmesinde %0,15 CaCl_2 , KH_2PO_4 (500 ppm P) ve CaCO_3 (sülfürden arı) ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Çalışmada %0,15'lik CaCl_2 yöntemi ile ortalama 9,0 (0,4-58) ppm S, KH_2PO_4 (500 ppm P) yöntemi ile ortalama 13,9 (2-68) ppm S ve CaCO_3 ekstraksiyon yöntemi ile ortalama 13,4 (2-74) ppm S bulunduğu bildirilmektedir.

Vendrell et al. (1990), 153 toprak örneği ile yaptıkları çalışmada Ca_2PO_4 (500 ppm P) ve 1 N NH_4Oac (pH=7) ekstraksiyon yöntemlerini ve 2 ölçüm metodunu (ICP-OES ve IC) karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda; Ca_2PO_4 ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraktlarda ICP-OES ve e IC ölçümleri arasında [$S_{\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{-IC}} = -3,28 + 0,786 \cdot S_{\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{-ICP-OES}}$ ($r=0,963$)] yöntemlerin ICP-OES ile okunan sonuçları arasında [$\text{ICP-OES}/S_{\text{Ca}_2\text{PO}_4} = 1,69 + 0,870 \cdot \text{ICP-OES}/1\text{NNH}_4\text{Oac}$ ($r=0,942^{**}$)] yöntemlerin IC tekniği kullanılarak bulunan $\text{SO}_4\text{-S}$ konsantrasyonları arasında ise [$\text{IC}/S_{\text{Ca}_2\text{PO}_4} = -2,00 + 0,688 \cdot \text{ICP-OES}/1\text{NNH}_4\text{Oac}$ ($r=0,917$)] şeklinde ifade edilen önemli ilişkiler belirlendiği bildirilmektedir. Araştırmacılar 2 ekstraksiyon çözeltisinin ICP-OES ile ölçülen $\text{SO}_4\text{-S}$ sonuçları arasında %13 fark ($S_{1\text{NNH}_4\text{Oac}} > S_{\text{Ca}_2\text{PO}_4}$) olduğunu belirtmektedirler.

Shirisha et al. (2010), pH değerleri farklı (5,00-8,30) 80 adet toprak örneğinde S belirlemelerinde ICP-OES ve türbidimetrik metotları karşılaştırılmıştır. Ekstraksiyonda %0,15'lik CaCl_2 çözeltisinin kullanıldığı araştırmanın sonucunda ICP-OES ile bulunan S değerlerinin 1,2-32,6 ppm; türbidimetrik metot ile bulunan S değerlerinin ise 4,2-32,5 ppm arasında değiştiği,

2 ölçüm tekniği arasında ilişki düzeyinin toprak pH'sına göre değiştiği bildirilmektedir.

Fox et al. (1964), Nebraska-ABD'de yaptığı çalışmada 5 S ekstraksiyon yöntemini (Isı ile çözünebilir S, KH_2PO_4 (500 ppm P); $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$; H_2O (1:5), modifiye ısı ile çözünebilir S) türbidimetrik ölçüm yöntemi ile karşılaştırmıştır. 22 toprak örneği ile yapılan çalışma sonucunda $S_{\text{Isı}}$ yöntemi ile ortalama 7,1 ppm S, $S_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$ yöntemi ile ortalama 7,5 ppm S, $S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2}$ yöntemi ile (1:5) 8,8 ppm S, $S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2}$ yöntemi ile (1:2,5) 6,9 ppm S, $M_{\text{Modifiye Isı}}$ yöntemi ile 19,6 ppm S ve $S_{\text{Otoklav-eriyebilir}}$ yöntemi ile ise 28,3 ppm S belirlendiğini bildirilmektedir. Araştırmada yöntemler arasında önemli ilişkiler de [$Y_S S_{\text{Modifiye-Isı}} \times S_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$ $r=0,811$; $S_{\text{H}_2\text{O}} \times S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2}$; $r=0,970$) saptanmıştır.

Esmel et al. (2010), kum bünyeli topraklarda yarayırlı S içeriğinin belirlenmesine için yöntem çalışması yapmışlardır. Bu çerçevede 52 yüzey (15-20 cm) toprak örneğinde H_2O , Mehlich 3 ve 0,025 M KCl yöntemlerini kullanmış ve ölçümleri türbidimetrik ve ICP-OES metotları ile yapmışlardır. Çalışmalarının sonucunda; $S_{\text{H}_2\text{O}}$ - $S_{0,025\text{MKCl}}$ yöntemleri arasında, $y = 51,6 + 0,53x$ ($r=0,38^*$) şeklinde ifade edilen bir ilişki tespit etmişlerdir.

Cihacek et al. (2015), farklı derinliklerden (0-15, 45-60 ve 75-90 cm) alınan 9 toprak örneğinde 7 farklı S ekstraksiyon yöntemi ($S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2}$, $S_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$, $S_{0,25\text{MKCl-40C}}$, $S_{0,25\text{MKCl-20C}}$, ve $S_{\text{H}_2\text{O}}$, S_{DTPA} ve S_{Mehlich3}) ve 2 ölçüm tekniğini (türbidimetrik ve ICP-OES) karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda türbidimetrik olarak ölçülen S sonuçlarının yöntemlere göre $S_{\text{H}_2\text{O}} > S_{\text{KH}_2\text{PO}_4} > S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2} > S_{0,25\text{MKCl-40C}} = S_{0,25\text{MKCl-20C}}$ şeklinde sıralandığı; ICP-OES metodu kullanılarak bulunan S değerlerinin ise $S_{\text{Mehlich3}} > S_{0,25\text{MKCl-40C}} = S_{0,25\text{MKCl-20C}} > S_{\text{DTPA}} > S_{\text{KH}_2\text{PO}_4} > S_{\text{H}_2\text{O}} > S_{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2}$ şeklinde sıralandığını rapor etmişlerdir. Araştırmada ICP-OES ile türbidimetrik yöntem S sonuçları arasındaki farkın stabil olmadığı ve yöntemlere göre değiştiği, tüm ekstraksiyon yöntemlerinin ortalaması olarak türbidimetrik metodun ile ICP-OES metoduna oranla 4,3 kat daha fazla sonuç verdiğini rapor etmektedirler. Çalışmanın sonucunda $S_{0,25\text{MKCl-20C}} + \text{ICP-OES}$ kombinasyonu alınabilir S analizleri için önerilmektedir.

Ülgen vd. (1989), Türkiye topraklarının alınabilir S içeriklerini belirlemek amacı ile yaptıkları çalışmada (1442 örnek) 2 farklı ekstraksiyon yöntemini [$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ (500 ppm P) ve 2 N HOAc] türbidimetrik yöntemin ile ölçmüşlerdir.

Araştırma sonuçlarına göre Türkiye topraklarının SO_4^{2-} -S içeriklerinin 1,3- 697,5 mg/kg arasında değiştiğini rapor etmektedirler.

Turan vd. (2010), Bursa bölgesinde topraklarının alınabilir S durumunu incelemişlerdir. Bu amaçla 30 toprak örneğinde. ... ile ekstraksiyondan sonra SO_4^{2-} türbidimetrik yöntem ile ölçülmüştür. Araştırma sonuçlarına göre bölge topraklarının alınabilir S içerikleri 0,47-84,34 ppm (ort:30,71 ppm) arasında değişmektedir

Amin ve Kacar (1985), Trakya bölgesi Meriç havzası topraklarının alınabilir S içeriklerini KH_2PO_4 (500 ppm P) ekstraksiyon yöntemi ile incelemişlerdir. Araştırma sonucunda havza topraklarının alınabilir S içeriklerinin 6,9-35,9 ppm arasında değiştiği ve ortalamanın 12,7 ppm olduğu rapor edilmektedir.

2.3.1.10. Alınabilir Mikro Elementler (Fe, Cu, Zn, Mn, B):

2.3.1.10.1. Alınabilir Demir (Fe):

Yerkabuğunda yaklaşık %5 oranında Fe bulunmaktadır. Toprakta demirin kaynağı olan mineraller: silikat mineralleri, amfibol, piroksen, pirit, siderit, hematit, goetit, magnetit, limonit ve olivindir. Fe ayrıca topraklarda oksit, hidroksit formunda da bulunabilmektedir. Toprak çözeltisinde veya değişim komplekslerinde ise Fe^{2+} ve Fe^{+3} formunda bulunmaktadır. (Mengel, 1991, Schachtschabel et al., 1984; Schwertmann, 1988; Sparks et al., 1996).

Toprakta bulunan demir oksit ve hidroksitlerinin çözünürlüğü; goetit (FeOOH) < Fe_2O_3 (Maghemit) < Fe_2O_3 (Hematit) < $\text{Fe}(\text{OH})_2$ < FeOOH (Lepidokrocit) < $\text{Fe}(\text{OH})_3$ şeklinde sıralanmaktadır. pH ve toprağın redoks potansiyeli Fe-Oksit ve Fe-Hidroksitlerin çözünürlüğünü etkileyen önemli iki faktördür. Fe^{+3} -Oksit/Hidroksitlerin çözünürlüğü pH değerinin her bir birim artışında 10^2 - 10^3 oranında azalmaktadır (Sah and Mikkelsen, 1986; Mengel, 1991).

Toprakların alınabilir Fe içeriklerinin belirlenmesinde çok sayıda ekstraksiyon yöntemi kullanılmaktadır (Bkz. Çizelge 2.17.). Bu yöntemlerin bazıları Fe için spesifik iken büyük çoğunluğunda Fe ile birlikte diğer mikro besin elementlerinin belirlenebilmektedir (Gupta and Sinha, 2006; Fang et al., 2007; Soltanpour and Schwab, 1977; Lindsay and Norvell, 1978; Mehlich, 1984).

Çizelge 2.17. Toprakta alınabilir Fe analizlerinde kullanılan ekstraksiyon yöntemleri (Çelik, 2006).

Yöntem/Çözelti	Toprak:Ekstrakt	Çalkalama Süresi (dk)
1 N NH_4OAc (pH=4,8)	1:5	30
0.01 M EDTA + 1N $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (pH=8,6)	1:2	30
1 N HCl	1:10	30
1 M NH_4HCO_3 + 0.005M DTPA (pH=7.6)	1:2	15
0,005 M DTPA + 0,01 M CaCl_2 + 0,1 TEA (pH=7,3)	1:2	120
0.05 M EDTA (pH=7)	1:10	60
$(\text{COONH}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (pH=3,0)	1:20	120
0.43 M HNO_3	1:10	120
0.05 N HCl + 0.025 N H_2SO_4	1:5	15
0.2 M CH_3COOH + 0.25 M NH_4Cl + 0.005 M $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7)$ + 0.05 M HCl (pH=1,3)	1:10	30

Ekstraksiyondan sonra elde edilen süzüklerde (ekstrakt) Fe ölçümleri AAS ve ICP-OES ile yapılmaktadır.

Toprakların mikro besin elementi ekstraksiyonunda kullanılan çözeltilerin yapısında şelat (DTPA; EDTA ve EDDHA), tuz ve asit gibi farklı bileşenler yer alabilmektedir. Bu bağlamda, ekstraksiyon çözeltilerinin karakterlerine bağlı olarak, topraktan ekstrakte edilen mikro besin elementi konsantrasyonunun önemli derece farklılık gösterdiği bildirilmektedir (Reisenauer, 1988; Chatzistathis et al., 2014).

Toprakların yarayışlı Fe içeriklerinin belirlenmesinde kullanılan şelatlayıcıların (DTPA, EDTA ve EDDHA) etki mekanizmaları farklı kaynaklarda ayrıntılı olarak incelenmiştir (Loeppert and Hallmark, 1985; Geiger and Loeppert, 1988; Morris et al., 1990; Borggaard, 1976; Borggaard, 1982; Sparks et al., 1996)

DTPA yönteminin hafif asit ve alkalın reaksiyonlu topraklarda mikro element yarayışlılığının tespiti için geliştirilmiş bir ekstraksiyon yöntemi olduğu belirtilmektedir. DTPA ayrıca toprakta çözünemez durumda bulunan Fe^{+3} iyonlarının da bir ölçüde ekstraksiyonunu sağlayabilmesi açısından da kullanılmaktadır (Lindsay and Norvell, 1969, 1978; Norvell, 1984).

DTPA + TEA ekstraksiyon çözeltisinin (0,005 M DTPA + 0,01 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + 0,1 M TEA; pH=7.3) bileşimindeki TEA, nötr ve alkalın reaksiyonlu topraklarda, ekstraksiyon sırasında pH ve Ca^{+2} iyonu derişiminin stabil kalmasını sağlamakta, dolayısı ile CaCO_3 içeren topraklarda CaCO_3 'ün çözünmesi geciktirilebilmektedir (Norvell, 1984).

DTPA ekstraksiyon çözeltisinin, topraktan Fe'i ekstrakte etme gücünün/hızının ekstraksiyon sırasında ortamın pH değeri ile yakından ilişkili olduğu belirtilmektedir. Ekstraksiyon çözeltisinin tamponlanması (pH= 7,3), düşük pH koşullarında çözeltiye geçebilen oklude haldeki Fe fraksiyonunu bloke etmek veya azaltma amacına dayanmaktadır (Sparks et al., 1996).

Ekstraksiyon çözeltisinin asit reaksiyonlu oluşu yani asidik bileşenler içermesinin (Mehlich 3 ekstraksiyon yönteminin, HNO_3 içermesi gibi), toprakta Fe-fosfatların çözünürlüğünü arttırabileceği belirtilmektedir. Ekstrakt çözeltisinde şelatlayıcı ajanların varlığının ise ekstraksiyon işlemi sırasında, ekstrakt çözeltisine geçen metal iyonlarının aktivitesinin şelat-metal iyonu kompleksleri oluşumu ile düşürülmesini sağlamak amacı gütmektedir. Aktivitedeki bu azalış, tamponlanmış ekstraksiyon çözeltisine daha fazla metal iyonu desorpsiyonu sağlamaktadır (Motta et al., 2007; Sarto et al., 2011).

Alkalin reaksiyonlu ekstraksiyon çözeltilerinin, oksitlerin çözünmesini sağlamadığı, bunun yanında CaCO_3 'ün çözünmesi de gerçekleşmediği için şelatın protonize olmadığı ve bu durumun toprakta yaygın formdaki Fe'in ekstrakte edilebilmesi açısından bir avantaj sağladığı belirtilmektedir (Lindsay and Norvell, 1969a, 1969b).

Topraklarda Fe-oksitlerin en aktif (reaktif) kısmını, kristalize Fe-oksit fraksiyonunun oluşturduğu kabul edilmektedir (Hartwig and Loeppert, 1993; Shahandeh et al., 1994). Bu fraksiyonun ekstraksiyonunu daha fazla sağlayan Amonyum asetat-EDTA gibi yöntemlerin, DTPA yöntemine göre çok daha fazla Fe ekstrakte edebildiği belirtilmektedir (Borggaard, 1979, 1981; Shahandeh et al., 1994).

Cancela et al., (2002), asidik reaksiyonlu topraklarda DTPA ve Mehlich 3 yöntemleriyle ekstrakte edilebilen Fe, Cu, Zn ve Mn miktarlarının farklı olduğunu ve Mehlich 3 yöntemi ile daha yüksek sonuçlar alındığını bildirmektedir.

Martens and Lindsay (1990), DTPA ve AB-DTPA (pH=7,6) yöntemlerinde Fe için benzer sonuçlar alındığını bildirmektedirler. Araştırmacılar Cu, Mn ve Zn için durumun farklı olduğunu ve AB-DTPA (pH=7,6) yöntemi ile DTPA yöntemine göre sırası ile 0,3- 0,8 ve 0,5 mg/kg daha fazla sonuç elde edilebildiğini rapor etmişlerdir.

Garcia et al., (1997) tarafından Arjantin’de yapılan çalışmada alınabilir mikro besin elementleri (Fe, Zn, Mn ve Cu) için DTPA, AB-DTPA ve Mehlich 3 yöntemleri karşılaştırılmıştır. Araştırma sonuçlarına dayanılarak DTPA ve AB-DTPA yöntemlerinin benzer, Mehlich 3 yönteminin ise bu 2 yöntemden daha yüksek sonuçlar verdiği belirtilmektedir.

Garcia et al., (1997). Lindsay and Norvell’e atfen asidik topraklarda Fe elementinin EDTA tarafından DTPA’ya kıyasla daha iyi şelatlandığını, ayrıca Cu ve Zn elementlerinin şelatlanmasında EDTA’nın DTPA’ya oranla daha başarılı olduğunu rapor etmişlerdir

Lindsay and Norvell (1969b) ortam pH’sı ile mikro besin elementlerinin şelatlanması arasındaki ilişkileri incelemiş ve ortam pH’sının asidik, nötre yakın ve nötr olduğu koşullarda Fe ve Zn iyonlarının EDTA ile şelat oluşturmalarının daha iyi olduğunu rapor etmişlerdir.

Cancela et al. (2002), Kuzey Batı İspanya’nın Galiçya bölgesinden alınan farklı özellikteki (pH= 4,47-8,67; O.M %1,5-26,51; kil %9,10-32,66; KDK 6,77-46,58 cmol/kg) 38 toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda; DTPA ekstraksiyon yöntemiyle 3,85-356,73 (74,30) mg/kg Fe, Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemiyle ise 2,46-582,21 (104,81) mg/kg Fe’nin ekstrakte edilebildiği belirlenmiştir. Çalışmada Mehlich 3 yöntemiyle ekstrakte edilebilen Fe miktarları, DTPA yöntemine göre daha fazla bulunmuştur.

Chatzistathis et al. (2014) Yunanistan’ın Makedonya bölgesinden alınan 18 toprak örneğinde DTPA, Mehlich 3 ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Yöntemler arasında önemli düzeyde farklılık bulunduğu ve yöntemlerin $Fe_{DTPA} < Fe_{ABDTPA} < Fe_{Meh3}$ şeklinde sıralandıkları bildirilmektedir.

Garcia et al. (1997) Arjantin’in farklı bölgelerine ait 24 toprak örneğinde DTPA, AB-DTPA, EDTA ve Mehlich 3 yöntemlerini karşılaştırmıştır. Yöntemlerin $Fe_{ABDTPA} < Fe_{DTPA} < Fe_{EDTA} < Fe_{Meh3}$ şeklinde sıralandığı bildirilmektedir.

Gartley et al. (2002), ABD’nin orta Atlantik bölgesindeki laboratuvarlarda (kamu ve özel) P, K, Ca, Mg, Fe, Zn, Mn ve Cu analizlerinde yaygın şekilde kullanılan 5 farklı ekstraksiyon yöntemini (1 N NH_4OAc ; Bray P1; 0,1 N HCl;

Mehlich 1 ve Mehlich 3) karşılaştırmışlardır. 300 toprak örneği ile gerçekleştirilen çalışmanın sonucunda; Fe için Mehlich 3 yöntemiyle 90,3-562,1 (218,9) ppm Fe, 0,1 N HCl yöntemiyle 21,2-582,1 (92,6) ppm Fe ekstrakte edilebildiğini rapor etmişlerdir. Araştırma sonuçları 2 yöntem arasında önemli ilişki $HCl-Fe = -80,14 + 0,79 \cdot M3-Fe$ ($r=0,74^*$) ve fark ($0,1 N HCl-Fe < Mehlich 3-Fe$) olduğunu göstermektedir.

Rodriguez-Suarez et al. (2008), İspanya'nın Galiçya bölgesine ait 80 adet toprak örneğinde, Mehlich 3, EDTA-aa ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerini yarayışlı Fe, Cu ve Zn açısından karşılaştırmışlardır. Araştırma sonuçlarına göre yarayışlı Fe miktarları Mehlich 3 yöntemiyle 50-650 (246), EDTA-aa yöntemiyle 19-2545 (327) ve AB-DTPA yöntemiyle ise 30-1660 (350) mg/kg arasında değişmektedir. Yöntemler arasında alınabilir Fe için $Mehlich 3-Fe < EDTA-aa-Fe \leq AB-DTPA-Fe$ şeklinde bir sıralama bulunmaktadır.

Schmiesek et al. (1998), ABD'nin Kuzey Dakota Eyalet Üniversitesine ait toprak analiz laboratuvarına üreticiler tarafından gönderilen örneklerden rastgele seçilen 100 toprak örneği ile yaptıkları çalışmada, Mehlich 3 ve DTPA yöntemlerini yarayışlı Fe, Cu, Zn ve Mn açısından karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda 2 yöntem arasında $Mehlich 3-Fe = 41,8 + 2,09 \cdot DTPA-Fe$ ($r=0,79$) şeklinde bir ilişkinin bulunduğu ve Mehlich 3 yöntemiyle DTPA yöntemine göre iki kat daha fazla Fe'nin ekstrakte edildiği bildirilmektedir.

Shahandeh et al. (1994), ABD'nin Texas eyaletinde Çeltik yetiştirilen alanlara ait 28 yüzey toprağını aerobik ve anaerobik koşullar altında inkübasyona tabi tutmuş ve ardından bu topraklarda Fe için DTPA, AB-DTPA, AA-DTPA ve Amonyum-Oksalat yöntemlerini kullanmışlardır. Çalışmalarının sonucunda; aerobik koşullar altında inkübe edilen toprak örneklerinin ekstrakte edilebilir ortalama Fe içeriklerinin DTPA yöntemiyle 75 mg/kg, AB-DTPA yöntemiyle 82 mg/kg, AA-EDTA yöntemiyle 502 ve Amonyum-Oksalat yöntemiyle ise 2762 mg/kg olduğunu ve sıralamanın ($DTPA-Fe < AB-DTPA-Fe < AA-EDTA-Fe < Amonyum-Oksalat-Fe$) olduğunu bildirmektedirler. Araştırmacılar anaerobik koşullar altında inkübe edilen toprak örneklerinin ekstrakte edilebilir ortalama Fe içeriklerinin ise DTPA yöntemiyle 201 mg/kg, AB-DTPA yöntemiyle 187 mg/kg, AA-EDTA yöntemiyle 1786 ve Amonyum-Oksalat yöntemiyle ise 4052 mg/kg olduğunu ($AB-DTPA-Fe < DTPA-Fe < AA-EDTA-Fe < Amonyum-Oksalat-Fe$) bildirmektedirler.

Vocasek and Friedericks (1994 ABD'nin farklı bölgelerine ait değişik özellikteki 471 adet toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA toprak ekstraksiyon yöntemlerini Fe, Cu, Zn ve Mn açısından karşılaştırmışlardır. Çalışmada ölçümler AAS ve ICP-OES ile yapılmıştır. Araştırma sonucunda ölçüm teknikleri (AAS ve ICP-OES) arasında fark olmadığı, buna karşın ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli fark olduğu belirlenmiştir ($DTPA-Fe_{AAS/ICP} < Mehlich\ 3-Fe_{AAS/ICP}$).

Wang et al. (2004), ABD'nin Louisiana eyaletindeki farklı iklim ve toprak özelliklerine ait toplam 317 adet toprak örneğinde (0-15 cm) Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini DTPA-TEA ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemleri ile belirlemişlerdir. Çalışmalarının sonucunda Fe için yöntemler arasında önemli bir ilişki olduğu [$Meh3-Fe = 200,2 + 1,546 \cdot DTPA-Fe$ ($r=0,380^*$)] ve $DTPA-TEA-Fe < Meh3-Fe$ olduğunu rapor etmektedirler.

2.3.1.10. 2. Alınabilir Bakır (Cu):

Toprakların toplam Cu içerikleri 4- 100 mg/kg; Cu^{+2} içerikleri ise ortalama 5-10 mg/kg arasında değişim göstermektedir (Schachtschabel et al., 1984; Mengel, 1991). Tarım topraklarının yaygın Cu içeriklerinin ise 1-50 mg/kg arasında değişim gösterdiği bildirilmektedir (Kacar ve Katkat, 1998).

Topraktaki Cu'nun çok büyük kısmı primer ve sekonder minerallerin yapısında yer almaktadır. Minerallerin yapısının dışında Cu, toprak çözeltisinde iyonik formda veya organik kompleks meydana getirmiş şekilde, koloitler tarafından adsorbe edilmiş halde, Fe/Al/Mn-Oksit-Hidroksitler tarafından adsorbe edilmiş halde veya spesifik olarak özel noktalarda desorbe olamaz formda bulunabilmektedir. Cu aynı zamanda toprak flora ve faunasını oluşturan canlıların da yapısında yer almaktadır (Kacar ve Katkat, 1998).

Toprakta bulunan toplam Cu'nun ancak %1'lik kısmı adsorbe edilmiş halde bulunmaktadır. Adsorbe halde bulunan Cu ise Cu^{+2} ve $CuOH^+$ formları ile koloitler tarafından bağlı halde bulunmaktadır. (Mengel, 1991).

Toprak çözeltisi içinde çözülmüş halde bulunan Cu^{+2} iyonu derişimi çok düşük düzeyde bulunmaktadır. Bu nedenle toprakların Cu içerikleri toprak profilinde yukarıdan aşağıya inildikçe azalmaktadır (Mengel, 1991).

Toprakların Cu içeriklerinin belirlenmesi için kuvvetli asidik özellikteki çözeltilerin veya kompleks oluşturuıcı organik bileşiklerin yer aldığı ekstraksiyon çözeltilerinin kullanılması önerilmektedir. Kompleks oluşturuıcı ajan içermeyen ekstraksiyon çözeltileri ile yapılan ekstraksiyonlarda önemli düzeylerde daha az Cu ekstrakte edilebildiği belirtilmektedir (Mengel, 1991).

Cancela et al. (2002), Kuzey Batı İspanya'nın Galiçya bölgesinden farklı özelliklere (pH: 4,47-8,67; O.M. %1,5-26,51; kil %9,10-32,66; KDK 6,77-46,58 cmol/kg) 38 toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA yöntemlerini alınabilir Cu için karşılaştırmışlardır. Ölçümlerin ICP-OES ile yapıldığı araştırmanın sonucunda DTPA yöntemiyle 0,03-1,74 (0,59) mg/kg, Mehlich 3 yöntemi ile 0,06-1,83 (0,82) mg/kg Cu bulunduğu belirtilmektedir. Çalışmada Mehlich 3Cu > DTPA-Cu olduğu (fark önemsiz) rapor edilmektedir.

Garcia et al. (1997) Arjantin'de 24 toprak örneğinin Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini DTPA, AB-DTPA, EDTA ve Mehlich 3 yöntemleri ile incelemişlerdir. AAS ile nicel ölçümün yapıldığı araştırmanın sonucunda ekstrakte edilebilir Cu miktarlarının $Cu_{DTPA} < Cu_{EDTA} < Cu_{ABDTPA} < Cu_{Meh3}$ şeklinde sıralandığı bildirilmektedir.

Gartley et al. (2002), tarafından ABD'nin orta Atlantik bölgesindeki 300 adet toprak örneğinde Mehlich 3 ve 0,1 N HCl ekstraksiyon yöntemleri ile Fe, Cu, Zn ve Mn analizleri yapılmıştır. Araştırmanın sonucunda; Mehlich 3 yöntemiyle 0,3-22,8 (2,9) ppm Cu, 0,1 N HCl yöntemiyle 0,6-31,8 (3,3) ppm Cu ekstrakte edilebildiği rapor edilmektedir. Yöntemlerin Mehlich 3-Cu < 0,1 N HCl-Cu şeklinde sıralandığı ve aralarında önemli bir ilişki olduğu [$HCl-Cu = 0,16 + 1,08 \cdot M3-Cu$ ($r=0,95^*$)] bildirilmektedir.

Ponnamperuma et al. (1981), Filipin'lerde çeltik yetiştirilen alanlara ait 33 toprak örneğinin yarıyıllı Cu içeriklerinin belirlenmesinde 0,1 M HCl, EDTA-(NH₄)₂CO₃, DTPA-TEA ve 0,05 M HCl ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Yöntemlerin topraktan ekstrakte edebildikleri Cu açısından 0,05 M HCl < 0,1 M HCl < DTPA-TEA < EDTA-(NH₄)₂CO₃ şeklinde sıralandıkları belirtilmektedir.

Pradhan et al. (2015), Hindistan'da farklı bölgelerden ve farklı derinliklerden (0-15, 15-30 ve 30-45 cm) alınan toplam 36 toprak örneğinde yarıyıllı Cu ve Zn içeriklerini DTPA, AB-DTPA, Mehlich 3 ve HCl toprak

ekstraksiyon yöntemleri ile incelemiştir. Sonuçlar yöntemler arasında yarayışlı Cu açısından $DTPA-Cu < AB-DTPA-Cu < HCl-Cu < Mehlich\ 3-Cu$ şeklinde bir sıralama olduğunu otaya koymaktadır.

Rodriguez-Suarez et al. (2008), İspanya'nın Galiçya bölgesine ait 80 adet toprak örneğinde alınabilir Fe, Cu ve Zn içeriklerini Mehlich 3, EDTA-aa ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemleri incelemiştir. Yöntemlerin alınabilir Cu ekstrakte etme güçlerinin $Mehlich\ 3-Cu < EDTA-aa-Cu < AB-DTPA-Cu$ şeklinde sıralandığı rapor edilmektedir.

Schmiesek et al. (1998), ABD'nin Kuzey Dakota Eyalet Üniversitesi toprak analiz laboratuvarına getirilen örnekler arasından seçilen 100 örnekte Mehlich 3 ve DTPA yöntemleri ile yarayışlı Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini incelemiştir. Yöntemler arasında alınabilir Cu açısından $Mehlich\ 3-Cu = 0,48 - 2,17 * DTPA-Cu$ ($r = 0,93^*$) bir ilişki bulunduğu ve Mehlich 3 yöntemiyle DTPA yöntemine kıyasla 2,2 kat daha fazla Cu ekstrakte edilebildiği belirtilmektedir.

Selvarajah et al. (1982) Sri Lanka'da farklı yetiştirme teknikleri uygulanan 2 çeltik çeşidinde farklı zamanlarda alınan toprak örneklerinde yarayışlı Zn ve Cu içeriklerini 6 farklı yöntem (1 N NH_4OAc (pH=4,6), 0,01 M EDTA+1M $(NH_4)_2CO_3$ (pH=8,6), 0,05 N HCl, 0,01 M $CaCl_2$ ve 0,2 M $MgSO_4$) ile incelemiştir. Çalışmanın sonucunda; dikim öncesi alanlarda (kuru), yarayışlı Cu içeriğinin yöntemlere göre $(Cu-CaCl_2 < Cu-MgSO_4 < Cu-NH_4OAc < Cu-HCl < Cu-Na_2-EDTA)$, 4 hafta su altında kalan alanlarda $(Cu-CaCl_2 < Cu-MgSO_4 < Cu-HCl < Cu-NH_4OAc < Cu-Na_2-EDTA)$, 8 hafta su altında kalan alanlarda ise $(Cu-CaCl_2 < Cu-MgSO_4 < Cu-HCl < Cu-NH_4OAc < Cu-Na_2-EDTA)$ şeklinde sıralandığı rapor edilmektedir.

Sobral et al. (2013), Brezilya'da farklı bölgelerde Ultisol ve Oxisol büyük toprak grubuna ait 10 adet yüzey (0-20 cm) toprağında Mehlich 1, Mehlich 3 ve DTPA toprak ekstraksiyon yöntemlerini ekstrakte edilebilir Cu, Mn ve Zn için karşılaştırmışlardır. Araştırmada yöntemlerin $M1-Cu < DTPA-Cu < M3-Cu$ şeklinde sıralandığı belirlenmiştir.

Vocasek and Friedericks (1994), ABD'nin farklı eyaletlerine ait 471 adet toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA toprak ekstraksiyon yöntemleri ekstrakte edilebilir Fe, Cu, Zn ve Mn açısından karşılaştırmışlardır. Ölçümleri AAS ve ICP-OES ile yapmışlardır. Çalışmanın sonucunda ölçüm teknikleri (AAS ve ICP-OES)

arasında fark olmadığı buna karşın ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli fark olduğu (DTPA-Cu_{AAS/ICP}<Mehlich 3-Cu_{AAS/ICP}) saptanmıştır.

Wang et al. (2004) ABD'nin Louisiana eyaletinde 317 örnek ile yaptıkları çalışmada toprakların ekstrakte edilebilir Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini DTPA-TEA ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemleri ile incelemişlerdir. Araştırma sonucunda alınabilir Cu açısından yöntemler arasında önemli ilişki (Meh3-Cu = 0,277 + 1,264*DTPA-Cu; r=0,899*), ve fark (DTPA-TEA-Cu<Meh3-Cu) bulunmuştur.

2.3.1.10.3. Alınabilir Çinko (Zn):

Toprakların Zn içerikleri 10-300 mg/kg değerleri arasında değişim gösterebilmektedir. Bazik volkanik ana materyaller üzerinde oluşmuş toprakların Zn içerikleri yüksek, buna karşın silikat içeren ana materyaller üzerinde oluşmuş toprakların Zn içerikleri ise düşüktür. (Mengel, 1991; Schachtschabel et al., 1984).

Toprakta bulunan Zn; silikatlara bağlı durumda, kil mineralleri tarafından adsorbe halde, Al/Fe/Mn-Oksitler tarafından adsorbe durumda ve kalsit, dolomit, organik madde ile kompleks oluşturmuş halde bulunabilmektedir (Schachtschabel et al, 1984).

Zn elementi toprakta; serbest veya kompleks oluşturmuş halde, toprak çözeltisinde çözülmüş halde; spesifik ve spesifik olmayan şekilde adsorbe edilmiş halde, karbonatlar veya sulu hidroksitler tarafından oklude edilmiş formda, primer ve sekonder minerallerin kristal kafes yapılarında olmak üzere farklı şekillerde bulunabilmektedir (McLaren and Crawford, 1973; Iyengar et al., 1981; Neilsen et al., 1986; Liang et al., 1991; Sparks et al., 1996).

Toprak çözeltisinin pH değeri, Zn'nun toprak çözeltisindeki derişimi üzerine doğrudan etkili olmaktadır. Toprak pH değerinin bir birim yükselmesi durumunda toprak çözeltisindeki Zn'nun derişimi 100 kat azalmaktadır (Brümmer et al., 1983; Grupta et al., 1987; Lindsay, 1972; Çakmak, 1988). Toprak çözeltisinin Zn derişimi 3×10^{-6} - 3×10^{-8} M arasında değişim gösterebilmektedir (Hodgson et al., 1966; Mengel, 1991).

Çözünebilir Zn miktarının çok büyük bir bölümü organik kompleksler tarafından bağlanmış durumda bulunmaktadır. Toprak çözeltisinin içerdiği Zn miktarı; kil mineralleri tarafından adsorbe edilen Zn miktarına, Fe/Al-Oksitler

tarafından adsorbe edilen Zn miktarına ve Zn'nun hidroksit ve karbonat iyonları tarafından çözünemez hale getirilme durumlarına göre değişim göstermektedir (Reddy and Perkins, 1974; Tiller et al., 1984; Brümmer et al., 1983; Kuo, 1986; Shuman, 1980; Herms and Brümmer, 1984; Saeed and Fox, 1977; Kalbasi et al., 1978; Çakmak, 1988).

Toprakların alınabilir Zn içeriklerinin belirlenmesinde Çizelge 3.12.'de verilen ekstraksiyon çözeltileri kullanılmaktadır. Bu ekstraksiyon çözeltilerinin büyük kısmı Fe, Mn ve Cu belirlemeleri içinde (ortak) kullanılmaktadır.

Mehlich (1984), düşük pH değerine sahip ekstraksiyon çözeltilerinin kullanılmasının, toprakta bulunan Zn-hidroksit formlarının çözünürlüklerini artırma yolu ile etkin olabileceğini ve bunun sonucunda daha yüksek miktarlarda Zn'nun topraktan ekstrakte edilebilmesinin mümkün olabileceğini rapor etmektedir.

Topraklardan Zn elementinin yarayışlılığı ve toprak çözeltilisine çözünerek veya desorbe olarak geçişi üzerine en etkili faktörün pH değeri olduğu, pH değerinin azalışı ile ekstrakte edilebilir Zn değerinin arttığı ve pH değerinin yükselişine bağlı olarak ise ekstrakte edilebilir Zn değerinin azaldığı belirtilmektedir (Mengel, 1991, Kacar, 1984; Kacar ve Katkat, 1998; Çakmak, 1988).

Hakerler vd., (1997) Gediz havzası bağ alanlarında alınabilir Zn'nun belirlenmesinde kullanılabilecek en uygun yöntemlerin belirlenmesi amacı ile bir çalışma yapmışlardır. 19 toprak örneği ve 4 adet ekstraksiyon yöntemi ile yürütülen çalışma sonucunda ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli ilişkiler belirlemişlerdir. Benzer bir çalışma Çil-Özgüven, (2000) tarafından Bursa ovası toprakları için yürütülmüş ve bu çalışmada da en uygun yöntem olarak AB-DTPA bulunmuştur.

Cancela et al. (2002), Kuzey Batı İspanya'nın Galiçya bölgesinde 38 toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda DTPA toprak ekstraksiyon yöntemiyle <0,01-6,40 (1,49) mg/kg Zn, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise 0,33-14,89 (3,15) mg/kg Zn'nin ekstrakte edilebildiği belirlenmiştir. Yöntemler arasında önemli farklılıklar bulunmuştur.

Chatzistathis et al. (2014), Yunanistan'ın Makedonya bölgesinde 18 örnek ile yaptığı çalışmada, toprakların alınabilir Fe, Mn ve Zn içeriklerini DTPA, Mehlich 3 ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemleri ile incelemişlerdir. Çalışmada yarayışlı Zn açısından, yöntemler arasında önemli fark olduğu (Mehlich3 yöntemi diğer 2 yöntemden farklı) ve sıralamanın $Zn_{DTPA} \leq Zn_{ABDTPA} < Zn_{Meh3}$ şeklinde olduğu bildirilmektedir.

Eysinga et al. (1978), Hollanda'da farklı tarımsal uygulamalara ait toplam 102 adet toprak örneğinde 2 ekstraksiyon yöntemi (0,02 M Na₂EDTA; pH=4,6, (1/2,5 w:v) ve 0,1 M HCl; pH=1,0) ile elde edilen alınabilir Zn sonuçları ile test bitkilerinin (*Avena sativa* L. ve *Freesia hybr.*) Zn ile beslenme durumları arasındaki ilişkileri incelemişlerdir, Çalışma sonucunda; ekstraksiyon yöntemiyle 3-428 (76,3) ppm Zn ve 0,1 M HCl toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise 10-1420 (339,4) ppm Zn değerleri elde edilmiştir. Yöntemler arasında alınabilir Zn açısından önemli fark olduğu ($Zn_{Na2EDTA} < Zn_{HCl}$) belirlenmiştir.

Garcia et al. (1997), Arjantin'in 24 toprak örneği ile yaptığı çalışmada, ekstraksiyon yöntemlerinin alınabilir Zn açısından $Zn_{DTPA} = Zn_{ABDTPA} \leq Zn_{EDTA} < Zn_{Meh3}$ şeklinde bir sıralama gösterdiklerini rapor etmektedirler.

Gartley et al. (2002), ABD'nin orta Atlantik bölgesinde 300 toprak örneği ile yürüttükleri çalışmada Mehlich 3 yöntemiyle 1,0-69,5 (6,5) ppm Zn, 0,1 N HCl yöntemiyle 1,1-70,6 (6,3) ppm alınabilir Zn saptandığını bildirmektedir. Araştırmacılar 2 yöntem arasında önemli bir fark olmadığını ve aralarında $HCl-Zn = 0,06 + 0,94 \cdot M3-Zn$ ($r=0,96^*$) şeklinde bir ilişki olduğunu rapor etmektedir.

Gupta and Mittal (1981), Hindistan'da kireçsiz topraklarda yetiştirilen *Phaseolus aurens* Roxb. Bitkisi için kritik Zn değerlerinin belirlenmesi amacı ile yaptıkları çalışmada yöntemlerin $6 N HCl > 0.1 N HCl > EDTA (NH_4)_2CO_3 > EDTA NH_4OAc + DTPA + CaCl_2 > 1 M MgCl_2$ şeklinde sıralandığını belirtmektedirler. Toprakların alınabilir Zn içeriklerinin tespiti için en uygun yöntemin EDTA NH₄OAc + DTPA + CaCl₂ olduğunu rapor etmektedirler.

Ponnamperuma et al. (1981) çeltik yetiştirilen alanlardan alınan 33 toprak örneği ile yürüttükleri araştırmada 0,1 M HCl, EDTA-(NH₄)₂CO₃, DTPA-TEA ve 0,05 M HCl ekstraksiyon yöntemlerini kullanmışlardır. Zn değerlerinin 0,05 M HCl yöntemiyle 0,02-40, 0,1 M HCl yöntemiyle 2,5-62, EDTA-(NH₄)₂CO₃ yöntemiyle 1,1-42, DTPA-TEA yöntemiyle ise 0,3-18 mg/kg Zn değerleri arasında değişim

gösterdiği ve yöntemlerin 0,05 M HCl<DTPA-TEA<EDTA-(NH₄)₂CO₃<0,1 M HCl şeklinde sıralandığı belirtilmektedir.

Pradhan et al. (2015), Hindistan'da yaptıkları çalışmada (36 örnek) Cu ve Zn içeriklerini DTPA, AB-DTPA, Mehlich 3 ve HCl ekstraksiyon yöntemleri ile belirlemişlerdir. Yöntemlerin yarıyışlı Zn açısından DTPA-Zn<AB-DTPA-Zn<HCl-Zn<Mehlich 3-Zn sıralama gösterdiklerini bildirmektedirler.

Rodriguez-Suarez et al. (2008) Galiçya-İspanya'da yaptıkları çalışmada toprakların (80 örnek) Fe, Cu ve Zn içeriklerini Mehlich 3, EDTA-aa ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemleri ile incelemişlerdir. Toprak örneklerinin yarıyışlı Zn içeriklerinin Mehlich 3 yöntemiyle 0,51-53,8 (7,5), EDTA-aa yöntemiyle 0,58-41,3 (8,4) ve AB-DTPA yöntemiyle ise 0,84-44,1 (9,4) mg/kg arasında değiştiğini belirten araştırmacılar, sıralamanın Mehlich 3-Zn<EDTA-aa-Zn<AB-DTPA-Zn şeklinde olduğunu rapor etmektedirler

Schmisek et al. (1998), ABD'de yaptıkları çalışmada (100 örnek) alınabilir/yarıyışlı Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemleri ile incelemişlerdir. İki yöntem arasında önemli ilişki (Mehlich 3-Zn = 0,37 + 1,82*DTPA-Zn; r=0,98**) olduğu ve Mehlich 3 yöntemiyle DTPA yöntemine oranla 1,8 kat daha fazla Zn'nin ekstrakte edilebildiği bildirilmektedir.

Sedberry et al. (1979), 25 adet toprak örneği ile yaptıkları bir saksı denemesinde test bitkisi olarak çeltik kullanmışlardır. Denemede Zn analizleri için toprak örnekleri 4 ve 6 hafta arasında su altında kalan alanlardan alınmış, kurutulduktan sonra analizler yapılmıştır. Ekstraksiyon çözeltileri olarak 0,1 N HCl, EDTA+1N NH₄Oac, EDTA-(NH₄)₂CO₃, 1 N NH₄OAc-(pH=4,8) ve DTPA-TEA yöntemleri kullanılmıştır. Araştırma sonuçlarına dayanılarak, su altında bırakılan toprak örneklerinde yarıyışlı Zn içeriklerinin yöntemler bazında DTPA-TEA<1 N NH₄OAc-(pH=4,8)<EDTA-(NH₄)₂CO₃<0,1 N HCl şeklinde sıralandığı rapor edilmektedir.

Benzer bir çalışma Selvarajah et al. (1982), tarafından yapılmıştır (9 örnek). 1 N NH₄Oac (pH=4,6), 0,01 M EDTA+1M (NH₄)₂CO₃ (pH=8,6), 0,05 N HCl, 0,01 M CaCl₂ ve 0,2 M MgSO₄ ekstraksiyon yöntemleri, 2 çeltik çeşidinin yarıyışlı Zn ve Cu içeriklerini belirlemek amacı ile kullanılmıştır. Toprak örnekleri, dikim öncesi ve dikimden sonra 4 ve 8 hafta su altında kalmış alanlardan alınmıştır. Çalışmanın sonucunda; dikim öncesi alanlarda NH₄OAc yöntemiyle 1,26-37,70

(5,85) ppm, HCl yöntemiyle 0,13-35,52 (4,88) ppm, Na₂-EDTA yöntemiyle 0,81-36,88 (5,92) ppm, CaCl₂ yöntemiyle 0,06-8,49 (1,20) ppm ve MgSO₄ yöntemiyle ise 0,45-19,27 (2,94) ppm yarıyışlı Zn belirlendiğini, tüm koşullarda yöntemler arası sıralamanın CaCl₂<MgSO₄<HCl<NH₄OAc<Na₂-EDTA şeklinde olduğu rapor edilmektedir.

Sobral et al. (2013), Brezilya'da 10 adet toprak örneği Mehlich 1, Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemlerini alınabilir Cu, Mn ve Zn belirlemelerinde kullanmışlardır. Araştırmada Zn değerlerinin Mehlich 1 yönteminde 0,5-5,0 (1,8) mg/kg, Mehlich 3'te 0,2-9,8 (3,8) mg/kg ve DTPA yönteminde ise 0,7-4,2 (1,5) mg/kg arasında değiştiği ve sıralamanın DTPA-Zn < M1-Zn M3-Zn şeklinde olduğu belirlenmiştir.

Vocasek and Friedericks (1994) ABD'de 471 adet toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemleri ile Fe, Cu, Zn ve Mn belirlemişlerdir. Araştırmada ölçümler için ICP-OES ve AAS yöntemleri karşılaştırılmıştır. Çalışmanın sonucunda DTPA ekstraktında ICP-OES ve AAS ölçümleri arasında fark olmadığı (ICP-OES ile DTPA-Zn 1,836 mg/kg, AAS ile DTPA-Zn 1,730 mg/kg), Mehlich 3 ekstraktında da ICP-OES ve AAS ölçümleri arasında fark olmadığı (ICP-OES ile M3-Zn 3,240 mg/kg, AAS ile DTPA-Zn 3,372 mg/kg) belirlenmiştir. Buna karşın 2 ekstraksiyon yöntemi arasında önemli fark (DTPA-Zn_{AAS/ICP}<Mehlich 3-Zn_{AAS/ICP}) olduğu saptanmıştır.

Wang et al. (2004), tarafından ABD-Louisiana'da yapılan bir araştırmada 317 örnekte ekstrakte edilebilir Fe, Cu, Zn ve Mn içerikleri DTPA-TEA ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemleri karşılaştırılmıştır. Yarıyışlı Zn açısından yöntemler arasında (Meh3-Zn = 0,171 + 1,686*DTPA-Zn; r=0,926*) önemli ilişki ve farklılıklar (DTPA-TEA-Zn<Meh3-Zn) olduğu saptanmıştır.

2.3.1.10.4.Alınabilir Mangan (Mn):

Toprakların toplam Mn içerikleri 20 ile 3000 mg/kg gibi geniş bir aralıkta değişim göstermektedir. Ortalama Mn konsantrasyonunun 600 mg/kg olduğu rapor edilmektedir (Krauskopf, 1972; Fuller and Warrick, 1985; Sparks et al., 1996).

Toprakta Mn: toprak çözeltisinde çözünmüş halde, organik ve inorganik ligantlar ile kompleks oluşturmuş halde, kil mineralleri veya organik madde tarafından adsorbe (değişebilir) halde, spesifik olarak adsorbe halde (fiks),;toprak

organik maddesi tarafından adsorbe edilmiş ve kompleks oluşturmuş halde, minerallerin yapı taşı olarak bulunabilmektedir (Stevenson, 1986; Sparks et al., 1996).

Topraktaki Mn'nin yalnızca çok küçük bir bölümü toprak çözeltisi içinde çözülmüş halde, adsorbe edilmiş halde veya değişebilir formda bulunmaktadır. Mn'nin çok büyük bir kısmı ise toprakta kimyasal ve mikrobiyolojik transformasyonlardan/değişimlerden etkilenen rezerv (yarayışlı olmayan) halde bulunmaktadır. Söz konusu bu bölüm toprak şartlarının değişmesine bağlı olarak yarayışlı hale dönüşmekte ve mobil hale gelebilmektedir (Sparks et al., 1996).

Toprak pH'sı, Mn yarayışlılığını etkileyen en önemli etmendir. Bu bağlamda pH değerinin 1 birim düşmesi, toprak çözeltisindeki Mn^{+2} iyonu konsantrasyonunun 100 kat artışına neden olabilmektedir (Lindsay, 1972; Mengel, 1991).

Toprakların alınabilir Mn içeriklerinin belirlenmesinde çoğunlukla Fe, Zn, Cu için de ortak olarak kullanılabilen ekstraksiyon çözeltileri kullanılmaktadır.

Cancela et al. (2002), Kuzey Batı İspanya'da 38 toprak örneği ile yaptıkları çalışmada Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda; DTPA ile 0,06-241,11 (24,61) mg/kg Mn, Mehlich 3 ile 0,23-46,97 (15,73) mg/kg Mn'nin ekstrakte edilebildiği belirlenmiştir. Alınabilir Mn açısından yöntemler arasında önemli fark bulunmadığı, bununla birlikte Mehlich 3 yöntemi ile DTPA'ya nazaran daha düşük değerlerin elde edildiği de belirtilmektedir.

Chatzistathis et al. (2014) Makedonya- Yunanistan'da yaptıkları çalışmada (18 örnek) DTPA, Mehlich 3 ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerini yarayışlı Fe, Mn ve Zn için karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mn açısından yöntemler arasında $Mn_{DTPA} < Mn_{ABDTPA} < Mn_{Meh3}$ şeklinde bir sıralama olduğu belirtilmektedir.

Garcia et al. (1997), Arjantin'de 24 toprak örneği ile yaptıkları çalışmada; DTPA, AB-DTPA, EDTA ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemlerini Fe, Cu, Zn ve Mn için karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mn açısından yöntemler arasında önemli farklılıklar olduğu ($Mn_{DTPA} = Mn_{ABDTPA} < Mn_{EDTA} < Mn_{Meh3}$) saptanmıştır.

Gartley et al. (2002), Atlantik-ABD' de 330 örnek ile yaptıkları çalışmada; Mehlich 3 yöntemiyle 4,5-179,1 (34,9) ppm, 0,1 N HCl yöntemiyle 4,7-217,6 (37,5) ppm Mn ekstrakte edildiğini bildirmektedirler. Araştırmacılar 2 yöntem arasında önemli fark (0,1 N HCl-Mn < Mehlich 3-Mn) ve ilişki ($HCl-Mn = 0,46 + 1,05 \cdot M3-Mn$; $r=0,83^*$) olduğunu da rapor etmektedirler.

Sarto et al. (2011), Brezilya'da yaptığı çalışmada (12 örnek) yarayışlı Fe, Cu, Zn ve Mn içerikleri için HCl, Mehlich 1, Mehlich 3 ve DTPA yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mn açısından yöntemler arasında önemli ilişkiler olduğu saptanmıştır.

Schmiesek et al. (1998), Kuzey Dakota- ABD' de 100 örnek ile yaptıkları çalışmada Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mn açısından 2 yöntem arasında $Mehlich\ 3-Mn = 118,5 + 3,05 \cdot DTPA-Mn$ ($r=0,39^*$) şeklinde ifade edilen bir ilişkinin bulunduğu ve Mehlich 3 yöntemiyle DTPA yöntemine göre yaklaşık 3 kat daha fazla Mn'nin ekstrakte edilebildiği bildirmektedirler.

Sobral et al. (2013), Brezilya'da 10 adet toprak örneği yaptığı çalışmada Mehlich 1, Mehlich 3 ve DTPA ekstraksiyon yöntemlerinin alınabilir Cu, Mn ve Zn için karşılaştırmışlardır. Araştırmada Mehlich 1 yöntemiyle 0,0-18,5 (5,8) mg/dm³, Mehlich 3 yöntemiyle 0,0-46,7 (11,2) mg/kg ve DTPA yöntemiyle ise 0,7-14,6 (3,0) mg/kg Mn'nin topraklardan ekstrakte edilebildiği, yöntemlerin $DTPA-Mn < M1-Mn < M3-Mn$ şeklinde k sıralandıkları belirtilmektedir.

Vocasek and Friedericks (1994), ABD'de toplam 471 adet toprak örneğinde Mehlich 3 ve DTPA toprak ekstraksiyon yöntemleri ekstrakte edilebilir Fe, Cu, Zn ve Mn belirlemiştir. Ölçümleri ICP-OES ile birlikte AAS ile de yapmışlardır. Araştırmada DTPA ile ekstraksiyonda ICP-OES ile 23,101 mg/kg Mn, AAS ile 22,313 mg/kg Mn; Mehlich 3 ile ekstraksiyon sonucunda ICP-OES ile 94,546 mg/kg Mn, 94,984 mg/kg Mn değerlerinin elde edildiği rapor edilmiştir. Ekstraksiyon yöntemleri ve ölçüm teknikleri arasında farklılıklar olduğu saptanmıştır ($DTPA-Mn_{AAS/ICP} < Mehlich\ 3-Mn_{AAS/ICP}$).

Wang et al. (2004), Louisiana-ABD'de 317 adet yüzey (0-15 cm) toprak örneği ile yaptığı çalışmada alınabilir Fe, Cu, Zn ve Mn içerikleri için DTPA-TEA ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alınabilir Mn açısından 2 yöntem arasında $Meh3-Mn = 47,72 + 1,827 \cdot DTPA-Mn$

($r=0,420^*$) şeklinde bir ilişki belirlendiğini ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemiyle DTPA-TEA yöntemine kıyasla daha fazla Mn ekstrakte edildiği (DTPA-TEA-Mn < Meh3-Mn) saptanmıştır.

2.3.1.10.5. Alınabilir Bor (B):

Toprakların toplam B içerikleri 7-80 mg/kg arasında değişmektedir (Krauskopf,1972).

Toprakların toplam ve ekstrakte edilebilir B içeriklerinin belirlenmesi amacı ile geçmişten günümüze kadar çok sayıda yöntem kullanılmaktadır (Berger and Truog, 1939; Hatcher and Wilcox, 1950; Dible at al., 1954; Kuwada and Toei, 1978; Wolf, 1971; John at al., 1975; Bingham, 1982).

Topraklarda alınabilir B analizleri iki aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada ekstraksiyon, 2. aşamada ise tayin (quantification) gelmektedir (Bingham, 1982; Wear, 1965).

Toprakta B analizlerinde kullanılan ekstraksiyon ve tayin yöntemlerinin temel prensipleri, avantajları ve dezavantajları, uygulama sırasında karşılaşılan güçlükler, interferans gibi konular çok sayıda çalışma ile incelenmiştir (Sah and Brown, 1997).

Ekstraksiyon için sıcak su, satürasyon ekstraktı ve mannitol+CaCl₂ ekstraksiyon yöntemleri en çok kullanılan yöntemlerdir. (Keren, 1996)

Ölçüm için geçmişte yalnızca spektrofotometrik (Carmin, Curcumin, Quinalizarin, Dianthrimid ve Azomethin-H) tayin yöntemleri uygulanmakta iken günümüzde spektrofotometrik (çoğunlukla Azomethin-H) ve ICP tayin yöntemleri (Mahler et al., 1984; Dible et al., 1954; Jackson, 1958; Naftel, 1939; Shanina et al., 1967; Wolf, 1971; Wolf, 1974; Garcia et al. 1985; Bingham, 1982; Sah and Brown, 1997).

Sıcak su ile ekstraksiyon yönteminde, geriye dönüşümlü soksolet sistemi ve cam kaynatma balonlarının kullanımının, ekstraksiyon prosedürünü zorlaştıracı ve hataya yol açabilen özellikler taşıdığı belirtilmektedir (Mahler et al., 1984). Bu nedenle sıcak su ekstraksiyon yönteminde, olası hataların azaltılma olanakları incelenmiş ve bazı modifikasyonlar önerilmiştir. Buna göre, ağzı kapatılabilen

plastik torbaların kullanılması önerilmiş ve bunun kaynatma balonu ve soksolet sistemlerine oranla kolay uygulanabilir olduğu ve sonuç itibari ile de önemli farklılıklar oluşturmadığı belirtilmektedir (Mahler et al., 1984).

Parker and Gardner (1981), Azomethin-H metodunun uygulamada Carmine (Hatcher and Wilcox, 1950), Quinalizarin (Berger and Truog, 1939) ve Curcumin (Dible et al., 1954) metotlarına göre daha avantajlı olduğunu rapor etmektedir.

Azomethin-H metodunun, yüksek tekrarlanabilirlik ve duyarlılık ile diğer metotlara üstünlük sağladığı belirtilmektedir (John et al., 1975). Ayrıca Azomethin-H metodunun diğer metotlara göre daha basit-kolay, kuvvetli derişik asitlerin kullanımına ihtiyaç duyulmayan ve çözelti matriksinde bulunan interfere edici maddelerden daha az oranda etkilenen bir metot olduğu da bildirilmektedir (Parker and Gardner, 1981).

Azomethin-H metodunda temel prensibin asidik koşullarda (pH=5,1) renkli borik asit kompleksinin oluşumu olduğu belirtilmektedir (Sah and Brown, 1997). Ekstraktaki, organik madde ve kil partiküllerinin, Azomethin-H yönteminde interferans oluşturduğu bildirilmektedir (Gupta, 1979).

Azomethin-H metodunda, en önemli konulardan birinin, ekstrakt çözeltisinin, süspanse halde ve çözünmüş interferans yapıcı maddelerden arı olmasının sağlanması olduğu belirtilmektedir (Parker and Gardner, 1981).

Gupta (1979) ve Wolf (1974) Azomethin-H metodu ile B belirlemelerinde, interferans oluşturuıcı maddelerin etkilerinin azaltılmasına yönelik çalışmalar yapmışlardır. Bu çerçevede aktif karbon kullanımının olanak ve sonuçları irdelenmiştir (Grupta 1979; Parker and Gardner,1981).

Toprakta Azomethin-H yöntemi ile B belirlenmesinde, organik madde den kaynaklanan interferans probleminin (sarı renk tonu) giderilmesi veya azaltılması amacı ile CaCl_2 kullanımı ile ilgili çalışmalar da yapılmıştır (Dible at al., 1954; Baker, 1964; Parker and Gardner, 1981).

Spektrofotometrik kantitatif B belirleme metotları dışında özellikle son yıllarda gittikçe kullanılmaya ve tercih edilmeye başlayan ICP-OES metodunun da olduğu görülmektedir. ICP-OES'in geniş bir aralıkta B derişimlerinin ölçülmesine

imkân sağlaması açısından öne çıktığı bildirilmektedir (Fassel and Kniseley, 1974; Sah and Brown, 1997).

ICP-OES tekniği ile B belirlemeleri sırasında en çok karşılaşılan problemin, analitik kimyada “memory effect” veya “carry over” olarak tanımlanan, yüksek derişimde B içeren bir örnekten sonra düşük derişimde B içeren bir örneğin ölçümünde pozitif yönlü hata olduğu rapor edilmektedir (Sah and Brown, 1997).

Söz konusu sorunun çözümüne yönelik olarak; Ward et al. (1990), örneklerin ICP-OES’nin izin verdiği ölçüde seyreltilmesini ve yıkama sürelerinin arttırılmasını, Evans and Krahenbuhl (1994b) ve Luguera et al. (1991), yıkama solüsyonu olarak NaF çözeltisinin kullanımını, Kucharkowski et al. (1996), belirlemeler sırasında sık sık referans örnekle QC kontrol numunesi okumasının yapılmasını ve referans değerlerinin kontrolünün sağlanmasını; Smith et al. (1991) ve Vaughan and Claassen (1996), ise DIN yöntemiyle örneğin plazmaya ulaştırılmasını rapor etmişlerdir (Sah and Brown, 1997).

Sahrawat et al. (2012) Entisol ve Alfisol büyük toprak gruplarına ait pH (5,3- 9,) ve Org- C (0,1- 1,96 gr/100 g) içerikleri farklı toplam 57 adet toprak örneğinde sıcak su ile ekstraksiyondan sonra spektrofotometrik (Azomethin H) ve ICP-OES metotlarını karşılaştırmışlardır. Araştırmacılar ,2 ölçüm metodu arasında önemli ilişki ($r=0,9701^{**}$) olduğunu ve bu ilişkinin toprakta pH artışına paralel olarak arttığını rapor etmektedirler.

Sarkar et al. (2014), Hindistan’ın Batı Bengal bölgesinde farklı tarımsal faaliyetlerin yürütüldüğü alanlara ait toplam 35 adet toprak örneğinin alınabilir B içeriklerini 4 farklı ekstraksiyon yöntemi (Sıcak CaCl_2 , NH_4OAc , Mannitol- CaCl_2 , Tartarik Asit) ile ekstrakte etmişlerdir. Ekstraktlarda B ölçümleri 4 farklı Spektrofotometrik yöntem (Azomethin-H; Carmine, Curcumin ve Quinalizarin) ile yapılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre Mannitol- CaCl_2 yöntemi dışında kalan diğer 3 yöntem (CaCl_2 , NH_4OAc ve tartarik asit) ile ekstrakte edilen B konsantrasyonlarının tüm spektrofotometrik yöntemlerde benzer sonuçlar verdiği; buna karşın Mannitol- CaCl_2 ekstraksiyon ve Curcumin ölçüm metodu ile belirlenen B değerlerinin diğer 3 kolorimetrik metoda göre önemli oranda yüksek olduğu belirlenmiştir. Ölçüm metotlarının duyarlılık açısından Azomethin-H>Curcumin>Quinalizarin>Carmine şeklinde sıralandıkları kaydedilmektedir.

Kacar and Fox (1967), Türkiye’de topraklarının bitkiye yarayışlı B içeriklerinin 0,74-4,55 ppm arasında değiştiğini bildirmektedirler.

Uysal vd. (2017), toplam 268 örnek (0-30) ile yaptıkları çalışmada Marmara ve Ege bölgesinde salçalık domates üretimi yapılan alanlarda (Bursa, Balıkesir, Manisa ve İzmir) toprakların bitkiye yarayışlı B (sıcak su ekstraksiyon/Azomethin-H ölçüm) içeriklerinin 0,10-4,90 ppm arasında değiştiğini bildirmektedirler.

2.3.2. Bitki Analiz Yöntemleri:

2.3.2.1. Tarihçe:

Bitki analizlerinin tarihçesi ile ilgili özel bildirimler/kayıtlar sınırlıdır. Bitki analizlerinin tarihsel gelişimi daha çok analitik kimyadaki gelişmelerin çerçevesinde değerlendirildiği ve konuya özel/özü bir başlık açılmadığı izlenmektedir. Örneğin Dumas ve Kjeldahl metodu ile N analizleri diğer materyaller yanında bitkisel materyallere de uygulanmıştır. Bozundurma ve ölçüm tekniklerinde de benzer durum söz konusudur. Farklı kaynaklarda parça parça ve aralarında bağlantıların tam olarak bilinmediği zaman süreçlerinde bitki analizleri ve tarihçesi ile bilgilere rastlanabilmektedir. Bunlardan bazıları şöyledir;

Ingen-Housz (1730-1799), Senebier (1742-1809) ve De Saussure (1767-1845) adlı araştırmacılar o dönemde söz konusu olan en ileri kimya imkanlarını kullanmak suretiyle bitki dokularının kimyasal analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmalarında bitki dokusu analizleri yanında bitkilerin bulunduğu ortamdaki gaz alışverişleri ile ilgili belirlemeler yaptıkları bildirilmektedir. Bu çalışmalar ile aynı zaman aralığında La-Voisier bir bilimsel teori ile ilgili çalışmalar yaparken yakma işlemleri gerçekleştirmiştir. La-Voisier’in bu çalışması 1774 yılında Priestley tarafından oksijenin keşfine yol açmıştır (Schilling, 2000).

20. yüzyılla birlikte bitki besleme bilimi ile ilgili olarak birçok çalışma yapıldığı bildirilmekte olup bunların en önemlileri aşağıdaki şekilde özetlenebilir;

- i. İyonların bitki beslemedeki işlevinin bulunması ve farklı elementlerin birleşiklerinin keşfi (Mangan-1922, Bor-1923, Çinko-1926, Bakır-1931, Molibden-1938, Klor-1954, Nikel-1987),
- ii. Bitki analizleri yöntemi ile bitkilerin bitki besin madde ihtiyaçlarının belirlenmesi için kullanılması 1800’lu yıllarda Fransız bir botanikçi

olan TH. De Saussure tarafından gündeme getirilmiş ve daha sonrasında J.v. Liebig tarafından tekrar gündeme getirilmek suretiyle bu amaca yönelik olarak kullanılması önerilmiştir.

2.3.2.2. Toplam Azot (N):

Bitki örneklerinde azot analizlerinin temel prensipleri toprakta N analizlerindeki temel prensiplerle genel anlamda benzerdir. Bitki örneklerinin N analizinde geçmişten günümüze kadar ağırlıklı olarak; i. Kjeldahl (Yaş Oksidasyon) ve ii. Dumas (Kuru Oksidasyon) metotları kullanılmaktadır.

Kjeldahl Metodu: Yöntemin esası bitki dokularında N'lu bileşiklerin (büyük çoğunlukla organik N), kuvvetli bir asit (H_2SO_4) ile bir katalizör eşliğinde, NH_4-N 'una dönüştürülmesi (yakma aşaması) ve ardından alkali ortamda N'un destilasyonu ve son aşamada de titrasyonuna dayanmaktadır. Bu çerçevede metodun 1883 yılında Kjeldahl tarafından keşfinden günümüze kadar geçen sürede büyük çoğunluğu yakma aşamasına yönelik olmak üzere tüm aşamalarda farklı uygulama şekil ve tekniklerine ilişkin çok sayıda çalışma yapılmıştır.

Dumas Metodu: Yöntemin temel ilkesi, örneklerin yüksek sıcaklıkta (900-1180 °C), katalizör varlığı ve modifiye edilmiş ortam şartlarında (CuO ve Cu) önce N_2O 'ya ardından N_2 'ye indirgenmesi ve bir detektör (TCD) aracılığı ile nicel olarak belirlenmesidir (Jimenez and Ladha, 1993; Sahrawat et al., 2002; Jones, 1991; Revesz and Aker, 1977).

Her iki yöntemin kendine özgü avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır (Nelson and Sommers, 1980). Araştırmacılar tarafından, Kjeldahl metodunun daha geniş kabul gördüğünü belirtilmektedir (Bremner and Mulvaney, 1982; Jimenez and Ladha, 1993).

Bitkisel materyallerde N analizlerinde Kjeldahl metodunun uygulanması durumunda yakma koşulları (sıcaklık ve katalizör seçimi) ve destilasyon şartlarının sonuçları etkileyen önemli faktörler olduğu belirtilmektedir (Matejovic, 1995).

Bitki dokularında N organik formun yanında NO_3 , NH_4 ve N-N ve N-O bileşikleri şeklinde de bulunabilmektedir. Bu nedenle bitki dokularının toplam N içeriğinin belirlenmesinde kullanılan bozundurma yönteminin bu farklı formlardaki

N içeriklerinin hepsini kapsayacak ve kayıp olmadan çözeltiye geçirecek özellikte olması gerekmektedir (Novozamsky et al., 1983; Nelson and Sommers, 1980).

Bitki örneklerinde toplam N belirlenmesinde, örneklerin içerdiği $\text{NO}_3\text{-N}$ ve $\text{NO}_2\text{-N}$ 'nin da sürece/analize dahil edilip birlikte belirlenmesi için Kjeldahl yönteminde bazı modifikasyonlar yapılmıştır. Bu çerçevede Cope (1916) salisilik asit modifikasyonu; Davisson and Parsons (1919) alkali redüksiyon modifikasyonu ve Olsen (1929) tarafından ise permanganat tarafından yükseltgenen Fe modifikasyonları gibi modifikasyonlar yapılmıştır (Jimenez and Ladha, 1993).

Bitki ve toprakta N tayinlerinde, doğruluğun artırılması bağlamında geri kazanım oranlarını yükseltmeye ve geliştirmeye yönelik çok sayıda araştırma yapılmıştır (Bradstreet, 1965; Bremner, 1949; Bremner, 1965; Bremner, 1965; Jimenez and Ladha, 1993).

Kjeldahl metoduna yapılan en büyük eleştirilerin; işçilik gereksiniminin fazla oluşu, kimyasal maddeler dolayısı ile iş sağlığı ve güvenliği problemleri olduğu bildirilmektedir. Ayrıca, Kjeldahl metodu ile N analizlerinde örnek sayısının artışı ile bu çekincelerin arttığı da belirtilmektedir (Jimenez and Ladha, 1993; Matejovic, 1995).

Dumas metoduna da Kjeldahl metodunda olduğu bazı eleştiriler yöneltilmektedir (Bremner ve Mulvaney (1982). Bu eleştirilerin başında belirleme (detection) zayıf veya güç olması gelmektedir. Matejovic (1995) teknolojik gelişmeler ile mikro işlemcilerin devreye girmesi ile Dumas yöntemine yapılan eleştirilerin gerekçesinin ortadan kalktığını belirtilmektedir. Günümüzde yeni tip (V. Jenerasyon) Dumas cihazları ile bitki ve toprak örneklerinde aynı anda N, C, S, O ve H elementlerinin kısa sürede (5-10 dk) analiz edilebildiği belirtilmektedir (Jimenez and Ladha, 1993; Matejovic, 1995). Dumas metodunun günümüzde kullanılan son derece gelişmiş cihazlardan önceki uygulama versiyonlarında örnek içerisinde bulunabilecek heterosiklik bileşiklerdeki N'un belirlenemediği bildirilmektedir (Alford, 1952).

Bitki örneklerinde N tayini zaman içerisinde farklı araştırmacıların yaptıkları çalışmalar ile modifiye edilerek günümüzde kullanılan haline getirilmiştir (Jodlbauer, 1886; Kjeldahl, 1883; Lauro, 1931; O'Neill and Webb, 1970; Parkinson and Allen, 1975; Novozamsky et al., 1983).

Bitki analizlerinde klasik Kjeldahl metodu ile yalnızca N tayininin yapılabilmesi bir dezavantaj olarak kabul edilmektedir. Bu çerçevede N ile birlikte diğer besin elementlerinden bazılarının da aynı yakma çözeltisi içerisinde belirlenebilmesi amacıyla çok sayıda yaş yakma prosedürü geliştirilmiştir. Bu yöntemlerin klasik Kjeldahl metodundaki uygulamalara benzer şekilde H_2SO_4 yardımı ile örneklerin okside edilmesine dayandığı görülmektedir (Smith, 1979). Bu amaçla başlangıçta HNO_3+HClO_4 ve $H_2SO_4+H_2O_2$ karışımları ile yapılan çalışmalardan tatminkâr sonuç alınmaması üzerine (Wolf, 1982; Hue and Evans, 1986; Morais and Rabelo, 1986; Sahrawat et al., 2002), çalışmaların yakma aşamasında farklı karışımların denendiği çalışmalara evrildiği rapor edilmektedir. Günümüzde bu amaçla kullanılabilecek, genel kabul görmüş karışımın ($H_2SO_4+Se+Li_2SO_4+H_2O_2$) olduğu belirtilmektedir (Smith, 1979).

Kjeldahl metodu ile N elementinin yanında diğer bitki besin elementlerinin de aynı yakma prosedürü ile belirlenmesine yönelik ilk uygulamalarda H_2SO_4 'e yalnızca Se katalizör olarak katılmaktaydı. Bu durum Ca elementinin belirlenmesini kısıtlamaktadır. Zira Ca elementi zor çözünür form olan $CaSO_4$ bileşiğine dönüşmektedir. Bir diğer sorunda çözeltide Se elementinin farklı değerliklerde bulunması ve bunun P belirlemelerinde (molibdofosforik asit mavi renk metodu) negatif interferansa yol açmasıdır. (Novozamsky et al., 1983)

Lindner and Harley (1942) tarafından yaş yakmada kullanılan H_2SO_4 'e H_2O_2 ilavesi düşünülmüş ve bu uygulama ile çalışmalar yürütülmüştür. H_2O_2 eklenmesi bitki örneğinin oksidasyonunu olumlu yönde etkilemiştir. Yaş yakma yöntemlerinde oksidasyon gerçekleştirmek amacıyla kullanılan asitler arasında H_2SO_4 ağırlıklı olarak HNO_3 veya $HClO_4$ ile karıştırılarak kullanılmakta ve bu sayede asit karışımının oksidasyon gücü maksimize edilmektedir (Martinic and Schilt, 1976; Novozamsky et al., 1993).

Klasik Kjeldahl metodunda yakma aşamasında katalizör ($CuSO_4$, $FeSO_4$, Zn vb.) kullanımı yakma çözeltisinde Cu, Fe ve Zn gibi bitki besin elementlerinin belirlenmesini engellemektedir. Bradstreet (1965) H_2SO_4 'e $CuSO_4$, $FeSO_4$, Se, Hg ve Zn gibi katalizör bileşenleri yerine $LiSO_4$ konulması durumunda örneklerde N belirlemelerinin gerçekleştirilebileceğini ve söz konusu değişikliğin N analiz sonuçlarını etkilemediğini belirtmektedir.

Bould et al. (1960) Se'nin etkili bir katalizör olduğunu ve HgO yerine kullanılmasının analitik interferansları azaltabileceğini belirtmektedir.

Lindner (1944), yaptığı çalışmada ilk kez $H_2SO_4+Se+Tuz+H_2O_2$ çözelti karışımında N yanında P, K, Ca ve Mg elementlerinin aynı anda belirlenmesine imkân sağlayacak yaş yakma yönteminin bitki örneklerinde kullanılabileceğini bildirmiştir.

Smith (1979), yaptığı çalışmada *Tillaea moschata* bitkisine ait yaprak örneklerinin N içeriklerini belirlerken N_{kj} ve N_{Se} metotlarını karşılaştırmıştır. N_{kj} ile ortalama %1,99 ve N_{Se} ile ortalama %2,03 N belirlemişlerdir. Çalışmanın sonucunda N_{Se} ve N_{kj} metodu ile bulunan N değerlerinin benzer olduğu ve N_{Se} 'nin diğer bazı bitki besin (P, K, Ca, Mg ve Na gibi) elementlerinin belirlenmesinde de güvenle kullanılabileceği belirtilmektedir.

Haynes (1980), farklı bitkisel materyallerde (elma yaprak, meyve ve gövde odun kısmı; yonca yaprak, çim yaprak, kayın yaprak) N içeriklerinin belirlenmesinde klasik Kjeldahl (N_{KjK}), Modifiye Kjeldahl (N_{KjM}) ve $H_2SO_4+Li_2SO_4+H_2O_2+Se$ içeren (N_{Se}) yakma metotlarını karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda yöntemler arasında N açısından önemli bir fark olmadığı; N_{Se} yönteminin N ile birlikte diğer bitki besin elementlerinin (P, K, Ca ve Mg) belirlenmesi için de kullanılabileceğini belirtmektedirler.

Sahrawat et al. (2002), H_2SO_4+Se içeren yaş yakma yönteminin uygulama prosedürünün basit ve nispeten güvenli ve daha az kimyasal içermesi ile çekici görüldüğünü belirtmektedir. Araştırmacı Se'un tehlikeli bir atık oluşturmalarına rağmen Se ile yakılan örneklerde N ile birlikte diğer elementlerin de belirlenmesine imkân tanınması açısından önemli olduğunu rapor etmiştir.

Kjeldahl ve Dumas metotları ile bulunan N sonuçlarının karşılaştırılmasına ilişkin çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların sonuçlarına göre Kjeldahl ve Dumas metotları arasında basit lineer önemli bir ilişkinin ($r= 0,992-0,999$) olduğu rapor edilmektedir (Hansen, 1989; Jimenez and Ladha, 1983; Smith, 1991; Watson and Galliher, 2001).

Oxenham et al. (1983), 5 farklı bitki türüne ait örneklerde Kjeldahl ve Dumas metotlarını karşılaştırmışlardır. Araştırmada Kjeldahl metodu ile ortalama %2,24, Dumas metodu ile %2,27 N saptanmıştır. Yöntemler arsında $N_{kj} = -0,025 + 1,024 \cdot N_{dumas}$ şeklinde ifade edilen bir ilişki olduğu belirtilmektedir.

Jimenez and Ladha (1993) N içerikleri %0,5-5,0 arasında değişen, 433 adet farklı bitkisel materyalde Kjeldahl ve N analizler (Dumas metodu) sonuçlarını karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda 2 metot arasında $N_{dumas} = -0,064 + 1,063 \cdot N_{kj}$ ($r=0,996$) şeklinde ifade edilen önemli bir ilişki bulunduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar %1'in altındaki N değerlerinde N_{dumas} metodunun N_{kj} metoduna nazaran daha düşük N değerleri verdiği; N içerikleri %2-5 arasında olduğunda ise N_{dumas} metodu ile N_{kj} metoduna göre daha yüksek N belirlendiğini bildirmektedirler. Bitki örneklerinin nispeten daha fazla NO_3-N içermesi durumunda bunun N_{kj} metodu tarafından saptanamadığı da rapor edilmektedir.

Simonne et al. (1994), sera koşullarında farklı NO_3/NH_4 oranları ile yetiştirilen Şalgamların yaprak ayası, yaprak sapı ve kök örneklerinde N analizlerini N_{dumas} ve N_{kj} metotları ile yapmışlardır. N_{kj} metodu, salisilik asit ilaveli ve ilavesiz [$(N_{kj(-)sa}$ ve $N_{kj(+)sa}$)] olmak üzere 2 farklı şekilde yapılmıştır. Çalışmanın sonucunda; yaprak ayalarında N_{dumas} ile % 4,78, $N_{kj(-)sa}$ ile % 4,12 ve $N_{kj(+)sa}$ ile % 4,08 N; yaprak saplarında ise N_{dumas} ile %2,54, $N_{kj(-)sa}$ ile %2,11 ve $N_{kj(+)sa}$ ile % 2,09 N belirlemişlerdir. Tüm bitki aksamında N_{dumas} ile $N_{kj(-)sa}$ metodu arasında önemli farklılıkların olduğu ($N_{dumas} > N_{kj(-)sa}$) ; $N_{kj(+)sa}$ metodu ile $N_{kj(-)sa}$ metodu arasında ise önemli fark olmadığı saptanmıştır.

Berner and Brown (1994), 6 farklı ülkeden, toplam 24 laboratuvarın katılımı ile yapılan bir çalışmada, yağlı tohum örneklerinde N içeriğinin Dumas metodunda, Kjeldahl metoduna göre %0,01-0,03 daha yüksek bulunduğunu rapor etmektedir.

Matejovic (1995), tarafından yapılan bir çalışmada 60 bitki örneğinde N_{dumas} ve N_{kj} metotları ile elde edilen N sonuçları karşılaştırmıştır. Çalışmanın sonucunda her iki metot ile bulunan N içeriklerinin birbirine çok yakın olduğu, Dumas metodunun görece daha yüksek doğruluğa sahip olması ve yaş yakma gerektirmemesi açısından avantajlı olduğunu belirtmektedirler.

Watson and Galliher (2001), farklı bitkisel materyallerde (Domuz ayrığı, yonca, mısır, buğday, marul, domates, patates, soya) N_{dumas} ve N_{kj} yöntemlerini karşılaştırmıştır. Çalışmalarının sonucunda N_{dumas} yöntemiyle bulunan N değerlerinin N_{kj} yöntemiyle bulunan N değerlerine kıyasla bir miktar daha fazla olduğu ve 2 yöntem arasında $N_{kj} = 0,134 + 1,032 \cdot N_{dumas}$ ($r=0,979$) şeklinde bir ilişki olduğu saptanmıştır.

Sahrawat et al. (2002), 19 adet bitki örneğinde (bezelye ve çeltik) N analizi için 2 yaş yakma (N_{Se} ve N_{kj}) metodunu karşılaştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda örneklerin N_{Se} yöntemi ortalama N içeriklerinin %2,13 ($\sigma= 1,39$), N_{kj} metodunda ise ortalama %2,09 N ($\sigma= 1,36$) olduğu saptanmıştır. Yöntemler arasında önemli bir fark olmadığı da belirtilmektedir.

Bitki örneklerinin, NO_3-N içeriklerinin görece yüksek olduğu durumlarda Dumas metodunun, Kjeldahl metoduna göre daha doğru sonuçlar verebileceği bildirilmektedir (McGeehan and Naylor, 1988; Schmitter and Rihs, 1989; Smith, 1991; Watson and Galliher, 2001).

McGeehan and Naylor (1988), farklı düzeylerde nitrat içeren örneklerde Dumas ve Kjeldahl metodlarını karşılaştırdıkları çalışmada; örneklerin $> 0,7 NO_3-N$ içermeleri durumunda Dumas metodu ile Kjeldahl metoduna göre daha yüksek N sonuçları bulunduğunu bildirmektedirler.

Jimenez and Ladha (1993), çeltik yaprak örneklerine, NO_3-N formunda N ilavesinden sonra yapılan N analizlerinde, Kjeldahl metodunun Dumas metoduna göre daha düşük geri kazanım (recovery) sağladığını ve bu sonuçların bitki örneklerinde NO_3-N içeriğinin yüksek olması durumunda, bunun Kjeldahl metodu ile belirlenemediği yönündeki çalışmalar ile uyumlu olduğunu rapor etmektedir.

2.3.2.3. Diğer Besin Elementleri (P, K, Ca, Mg, S, Na, Fe, Cu, Zn, Mn, B):

Bitkisel materyallerde P, K, Ca, Mg, S, Na, Fe, Zn; Mn, Cu ve B tayinleri; i. Bozundurma (Yakma) ve ii. Nicel Ölçüm (Quantification) olmak üzere 2 aşamada gerçekleştirilmektedir. Kimi elementler ve spesifik analizler için (örneğin aktif Fe) bozundurma yerine ekstraksiyon işlemi önerilmektedir (Kacar ve İnal, 2008; Jones et al., 1991).

2.3.2.3.1. Bozundurma: Bitki örneklerinin bozundurulmasında yaş ve kuru yakma olarak tanımlanan prosedürler uygulanmaktadır. Yaş ve kuru yakma yöntemleri de kendi aralarında çok sayıda farklı/alt yöntem içermektedir. Bozundurma yöntemlerinin temel ilkeleri, uygulanmaları, avantaj ve dezavantajları ile ilgili ayrıntılı bilgiler çok sayıda kaynakta yer almaktadır (Piper, 1942; Johnson and Ulrich, 1959; Graham et al., 1970; Harrison and Andre, 1969; Gorsuch, 1970; Bock, 1979; Jones, 1984; Jones et al., 1991; Kacar ve İnal, 2008.).

Hamze at al. (1984), bitki dokularının içerdği elementlerin belirlenmesi için kullanılan yakma yöntemlerinin; i. Bozundurmasız (Ekstraksiyon), ii. Yaş bozundurma (wet digestion/Asitler kullanılarak) ve iii. Kuru yakma veya kül haline getirme (dry ashing) şeklinde 3 kategoride incelenebileceğini belirtmektedirler. Araştırmacı bozundurma yöntemlerinin her birisinin kendine özgü avantaj ve dezavantajları bulunduğunu, hangi yöntemin seçilmesi gerektiği ve istenilen amaca yönelik olarak hangisinin uygun olduğunun belirlenmesinin güç olduğunu belirtmektedir. Bu bağlamda bozundurma yöntemi seçiminde analiz edilecek element ve örneğin yapısının belirleyici olduğu rapor edilmektedir.

Yaş bozundurma yöntemlerinde, örneğin yapısına bağlı olarak asit (HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 , H_2O_2 ve HF) veya asit karışımları kullanılırken, kuru bozundurmada örnek belli bir sıcaklıkta ($400-875^\circ\text{C}$; çoğunlukla $500-550^\circ\text{C}$) yakılıp kül haline getirildikten sonra bir asit ile ekstrakte edilmektedir. Kuru bozundurma/yakma yöntemlerinin tamamı atmosferik koşullar altında gerçekleştirilirken, yaş bozundurma/yakma yöntemlerinin atmosferik koşullar altında veya kapalı kaplarda ve basınç altında gerçekleştirilebilmektedir (Azcue and Mudroch, 1994). Gorsuch (1959) biyolojik materyallerin yapısındaki elementlerin belirlenmesi için, hangi yakma yönteminin kullanılmasının daha yararlı olacağı konusunu detayları ile incelemiştir. Araştırmacı; $\text{HNO}_3+\text{HClO}_4$; $\text{HNO}_3+\text{HClO}_4+\text{H}_2\text{SO}_4$ karışımları ve diğer farklı kombinasyonların kullanılması ile Hg dışındaki tüm mineral elementlerin, analizlerinin mümkün olduğunu rapor etmektedir.

De Vries and Tiller (1978) HNO_3 , HClO_4 ve H_2SO_4 'den oluşan bir karışımın yaş yakma yönteminde kullanılmasını; Cresser and Parsons (1979) ise HClO_4 ve H_2SO_4 'den meydana gelen bir karışımın kullanılmasını önermektedirler.

Yaş bozundurma (yakma)'da kullanılan asit ve asit karışımlarının özellikleri ve uygulamalarına ilişkin bilgiler Çizelge 2.18. ve 2.19.'da verilmiştir.

Çizelge 2.18. Yaş yakma yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan asit ve asit karışımlarının özellikleri (Butcher and Sneddon, 1998).

Asit / Asit Karışımı	Uygulamalar	Sınırlamalar
HNO ₃	Primer oksidant, tek başına kullanılabilir.	Organik maddece zengin örneklerde, kapalı sistemlerde yakılması gerekmektedir.
H ₂ SO ₄	Kaynama noktasının yükselmesine yardımcı olur. Oksidatif ve dehidrate özelliğe sahiptir. H ₂ O ₂ kullanılan karışımlarda permono sülfürik asit oluşturmaktadır.	Teflon kaplar ve GFAAS tekniği ile nicel belirlemelerde interferanslara yol açabilmektedir.
HClO ₄	Güçlü bir yükseltgeyicidir.	Patlama tehlikesi barındırır.
HCl	İnorganik tuzları başarı ile çözer.	Okside edici özelliği yoktur. Uçucu elementlerin kantitatif belirlenmesi sırasında şiddetli interferanslara yol açabilmektedir.
HF	Silikatların bozundurulmasında kullanılır.	Toksiktir. Yalnızca teflon kaplar ile kullanılabilir. Şiddetli yanıklara yol açabilmektedir.
HCl + HNO ₃	Klorin ve nitrosil klorit oluşumundan dolayı çok daha bozundurucu ve çözücü özelliktedir.	Uçucu elementlerin nicel belirlenmesi sırasında interferanslara yol açabilmektedir.

Çizelge 2.19. Yaş yakma yöntemleri, kullanılan asitler, kullanım alanları ve önemli noktalar (Jones, 1984)

Asit / Asit Karışımı	Uygulanabilen Örnek	Notlar
H ₂ SO ₄ – HNO ₃	Bitki Dokuları	En çok kullanılan yöntemdir.
H ₂ SO ₄ – H ₂ O ₂	Bitki Dokuları	CaSO ₄ ile birlikte çökelme sırasında Pb, Ge, As, Ru, Se gibi elementlerin kaybı
HNO ₃	Biyolojik Dokular	Kısa sürede tamamlanabilir
HClO ₄	Biyolojik Dokular	Katalizörler (NH ₄) ₂ MoO ₄ vb.
H ₂ SO ₄ – HClO ₄	Biyolojik Dokular	Küçük örnek miktarları için uygun, patlama tehlikesi
HNO ₃ – HClO ₄	Protein ve Karbonhidrat	Daha az patlayıcı kayıp yoktur.
H ₂ SO ₄ – HNO ₃ – HClO ₄	Genel	Sıcaklık kontrol edilebilirse tehlikesiz, uçucu element belirlemelerinde geri soğutuculu sistem kullanılmalıdır.

Bozundurma (yaş ve kuru) metotlarının avantaj ve dezavantajlarının karşılaştırılmasına ilişkin bilgiler Çizelge 2.20.'de verilmiştir.

Çizelge 2.20. Kuru ve yaş bozundurma yöntemlerinin karşılaştırılması (Jones, 1984)

Yaş Bozundurma	Kuru Bozundurma
Daha hızlı	Daha yavaş
Düşük sıcaklık, daha az uçuculuk	Daha yüksek sıcaklık, daha fazla uçuculuk
Genellikle örneğin doğasına daha az duyarlı	Genellikle örneğin doğasına daha fazla duyarlı
Oransal olarak daha fazla gözetim (kişisel ilgi)	Oransal olarak daha az gözetim
Daha fazla kör numune	Daha az kör numune
Fazla örnek ile uyumsuz	Fazla örnek ile kolaylık

Bitki analizlerinde bozundurma yönteminin seçilmesinde birçok faktörün etkili olduğu bunların: i. Araç ve gereç gereksinimi, ii. Zaman (h), iii. duyarlılık/hassasiyet; iv. Doğruluk; v. Maliyet; vi. İş sağlığı ve güvenliği riski gibi kriterler olduğu ve bunların değerlendirilmesi ile karar verildiği belirtilmektedir (Massart et al., 1978; Westgart and Hunt, 1973; Hu and Barker, 1999).

Zheljaskov and McNeil (2008) bozundurma yönteminin seçiminde yöntemin güvenilirlik, basitlik, yakma işlemi süresi, olası kontaminasyon riski gibi faktörleri değerlendirildikten sonra seçilmesinin doğru olacağını, belirtmektedirler. HNO_3 ile bozundurma yönteminin yaygın kullanılmasına karşın bazı önemli dezavantajlara sahip olduğu, kuru yakma yöntemlerinde de 550-600 °C'lik sıcaklıkların uygulanması durumunda özellikle As, Cr ve Pb gibi elementlerin gaz halinde yitirilebileceğini, bu nedenle 400-450 °C sıcaklık değerlerinin aşılmamasının uygun olacağı, ancak düşük sıcaklık derecelerinde kuru yakma işleminin uygulanmasının da bazı durumlarda örneğin tamamen kül haline gelmesi için yeterli olamayacağını bildirmektedirler.

Yaş yakma yöntemleri arasında $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ karışımının ağırlıklı olarak kullanılan bir yöntem olduğu (Behan and Kincaide, 1970; Blanchar et al., 1965; Stecher, 1968; Havlin and Soltanpour, 1980), bununla birlikte yaş yakma yöntemlerinde kullanılan HClO_4 'in birtakım sorunlara (patlama) yol açabileceği belirtilmektedir (Havlin and Soltanpour, 1980). Ayrıca KClO_4 'ün soğuk sudaki çözünürlüğünün¹ son derece düşük olmasının da önemli bir dezavantaj olduğu kaydedilmektedir (Stecher, 1968). Bu nedenle HClO_4 kullanılarak bozundurulmuş örneklerin aktarılmasında, sıcak saf su kullanılarak, olası KClO_4 kristallerinin

¹ 0,015 g/ml, 25°C; 0,067 g/ml, 100°C

çözünmesi sağlanmaya çalışılmaktadır (Havlin and Soltanpour, 1980). Bu durum özellikle yüksek K içeren bitki dokularının analizde hatanın minimizasyonu için son derece önemli olduğu vurgulanmaktadır (Havlin and Soltanpour, 1980).

Bitkisel materyallerin, yakma yöntemleri ile bozundurulmasına ilişkin çalışmalar, seçilen yöntemin organik yapının tamamını parçalayabilecek özellikte olması ayrıca ortamda bulunan Si'un giderilmesine imkân sağlaması ve bunun belirlenecek element açısından kayıplara yola açmaması gerektiğine işaret etmektedir (Marchal et al., 1980; Pinta, 1968; Pinta, 1975; Hamze et al., 1984).

Matejovic and Durackova (1994), bitki analizlerinde kantitatif ölçüm (AAS veya ICP-OES vb.) öncesinde, kuru bozundurmanın dışında uygulanabilecek bozundurma veya ekstraksiyon yöntemlerini:

i. Konsantre asit veya asit karışımlarının kullanıldığı yöntemler: Açık şekilde uygulanan, ısıtılması klasik yolla veya mikro dalga sistemleri ile gerçekleştirilen yöntemler,

ii. Konsantre asit veya asit karışımlarının kullanıldığı kapalı (basınç altında) yöntemler: Isıtılması klasik yolla veya mikro dalga sistemleri ile gerçekleştirilen yöntemler,

iii. Bitki dokusu tamamen bozundurulmadan uygulanan çözündürme ve ekstraksiyon yöntemleri şeklinde gruplandırmaktadır.

Kuru yakma yöntemlerinin bazı avantajlarına (hızlı ve kolay uygulanabilir olması) rağmen, uygulamada bazı elementlerin (P, K, Cd, As ve S) kaybı (buhar halinde) olması nedeniyle daha az tercih edildiği belirtilmektedir (Oliva et al., 2003). Bu konuda yapılan çalışmalarda, kuru yakma yönteminin uygulanması sırasında, kül fırını sıcaklığının 550 °C'yi geçmemesi halinde elementlerin büyük bir bölümünün kaybolmadan belirlenebileceği belirtilmektedir (Skurikhin, 1989; Nielson et al., 1988; Polmann, 1991; Matejovic and Durackova, 1994). Bu şartlarda bile istisna gösteren elementler arasında Hg, Se ve As 'in olduğu rapor edilmektedir (Matejovic and Durackova, 1994).

Kuru yakma yöntemleri ile yapılan çalışmaların sonucunda, güvenilir sonuçların alınması açısından, kül sıcaklık değerinin 475-550 °C, yakma süresinin ise 2-9 h arasında olması önerilmektedir. (Isaac and Jones, 1972).

Barker et al. (1964), bitki örneklerinin klasik kuru yakma (6 saat $485^{\circ}\text{C} \pm 15$) ile bozundurmada, Al ve Zn ile kontaminasyonlarının (fırın duvarlarından kaynaklı) engellenmesinde, kül fırını duvarlarına paslanmaz çelikten imal edilen plakalar yerleştirilmesinin etkin olabileceğini bildirmektedir.

Jones and Warner (1969), spektrofotometrik ölçümlerde, örneklerin kuru yakma yöntemi ile 500°C 'de yakılmasının yeterli olacağını rapor etmiştir.

Kuru yakma yöntemlerinin çok sayıda örnek analizinde önemli derecede avantaj sağladığı, bu avantajın, geniş bir spektrumda element analizi yapılmak istenmesi durumunda kaybolduğu belirtilmektedir. (Novozamsky et al., 1993).

Kuru yakma yöntemlerinde, yakma süresinin uzunluğu ve sıcaklığın yakma süresince sabit tutulması zorunluluğu ve güçlüğü dezavantaj olarak değerlendirilmektedir. (Piper, 1944; Hu and Barker, 1999).

Kuru yakma yöntemlerinde Si partiküllerin çökmesi sonucunda bazı elementlerin geri kazanımının (recovery) olumsuz etkilenebildiği rapor edilmektedir (Jones, 1985; Rechcigl and Payne, 1990).

Markert (1996), Knapp'a atfen organik maddelerin bozundurma işlemleri sırasında, kullanılan yönteme bağlı olarak sistematik hataların ortaya çıkabileceğini bildirmektedir (Çizelge 2.21.).

Çizelge 2.21. Bozundurma yöntemlerinin uygulanması sırasında karşılaşılan bazı sistemik hata kaynakları. (Markert, 1996)

Kontaminasyon	Kayıplar	Bozundurmanın Tamamlanamaması
Laboratuvar havası (toz ve gazlar), asit ilavesi işlemi, yakmada kullanılan kap ve malzemelerde kirlilik	Gaz halinde ortamdan uzaklaşma, analiz kapların yüzeylerinde absorpsiyon, kaplar ile istenmeyen reaksiyonlar	İzleyen kantitatif belirleme aşamasında interferanslar

Bitki analizlerinde farklı yakma yöntemleri ile hazırlanan bitki ekstraktlarında farklı sonuçların alınabileceği, bazen aynı örnek ile gerçekleştirilen paralel çalışmalarda da benzer sonuçların elde edilemediği ve bu farklılıkları açıklamanın zor ve genellikle de mümkün olmadığını belirtilmektedir (La Bastide and Van Goor, 1978; Mandel, 1966; Pinta, 1975; Hamze et al., 1984).

Havlin and Soltanpour (1980), 3 referans materyal (SRM 1571 meyve yaprağı; SRM 1573 domates yaprağı; SRM 1570 ıspanak yaprağı) ve 8'i diğer bitkiler (yonca, arpa, mısır, patates/petiol, şeker pancarı, timothy, buğday filizi) olmak üzere toplam 13 bitki materyalinde klasik $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ ve HNO_3 ile yaş bozundurmaya (açıkta) K, Ca, Mg, Na, Fe, Cu, Zn ve Mn açısından karşılaştırmışlardır (ICP ölçüm). Araştırma sonucunda yaş yakma yöntemleri arasında fark olduğu; HNO_3 yönteminin daha yüksek iş sağlığı ve güvenliği, özel egzoz ekipmanına ihtiyaç duyulmaması, KClO_4 şeklinde olası kristal oluşumunun elimine edilmesi, kolay ve hızlı uygulanması ile önerilebileceğini bildirmektedirler.

Marchal et al. (1980), aynı örneğin farklı yakma yöntemleri ile yakılması sonucunda örnekte bulunan ve belirlenmek istenen element içeriğinin kullanılan farklı yakma yöntemlerine bağlı olarak farklı belirlenebileceğini dolayısıyla aynı örnekte bulunan aynı elemente ait sonuçların uygulanan yakma tekniği ve analitin tayininde kullanılan kantitatif belirleme metoduna ait özelliklerden kaynaklanabileceğini bildirmektedir.

Klasik kuru ve yaş yakma yöntemleri, zaman alıcı ve kimi kısıtlılıklar içeren analitik uygulamalar olarak tanımlanmaktadır (Blanchar, 1986; Finch et al., 1990; Wall et al., 1980). Bu bağlamda klasik yaş yakma yöntemine alternatif olarak son dönemlerde tüm dünyada giderek yaygınlaşan bir bozundurma tekniği olan Mikrodalga ile bozundurma ön plana çıkmaktadır. Bu yöntemde bozundurma, asit veya asit karışımları ile kapalı bir kapta ve basınç altında (ısı kaynağı, mikro dalga) çok kısa sürede gerçekleştirilmektedir (Kingston and Jassie, 1986; Finch et al., 1990).

Mikro dalga yöntemi ile yapılan bir çalışmada 12 domates yaprak örneğinin $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ (10 ml $\text{HNO}_3 + 2,5$ ml H_2O_2) karışımı ile 12 dakika gibi kısa bir sürede bozundurulduğu bildirilmektedir (Gilman, 1987; Finch et al., 1990).

White and Douthit (1985) bitki örneklerinin (12 adet) mikro dalga ile 30 dakika içerisinde ölçüme hazır hale getirebildiğini rapor etmişlerdir.

Kapalı sistemler, sıcaklık ve basınç varlığında çalışan yöntemler olmaları nedeniyle örneğin bozundurma süresini son derece kısaltmakta ve bu sistemlerde HClO_4 kullanımı, bu asidin organik madde varlığında ekzotermik bir reaksiyon oluşturması nedeniyle tercih edilmemektedir. Kapalı yakma yöntemleri ile bitki

dokularında bulunan birçok element çözeltiye başarı ile geçirilebilmektedir (Price, 1979; Matejovic and Durackova, 1994).

Bitki analizlerinde, ekstraksiyon işlemleri, çoğunlukla bitki besin elementlerinin yaprak ayasındaki fraksiyonlarını belirlemek gibi spesifik analizlerde (örneğin suda çözünür ve aktif form vb.) kullanılmaktadır (Matejovic and Durackova, 1994; Rao et al., 1998; Sahrawat, 1980).

Hamze et al. (1984), narenciye (Washington portakalı) yapraklarının (sağlam ve Klorotik) K, Ca, Mg ve Na içeriklerini belirlemede farklı ekstraksiyon yöntemleri (0,1 N HCl; 1 N HCl; H₂O) ve yaş yakma (HNO₃, HNO₃+H₂SO₄+HClO₄) ve kuru yakma (450 °C) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Kantitatif ölçümün ICP-OES ile yapıldığı araştırma sonucunda yöntemler arasında elementler bazında önemli farklılıklar bulunduğu belirlenmiştir.

2.3.2.3.2. Nicel Ölçüm (Quantification): Bitki analizlerinde farklı bozundurma yöntemleri ile hazırlanan ekstraktlarda, nicel ölçümler için çok sayıda klasik ve enstrümantal analiz yöntemi (Potansiyometrik, Spektrofotometrik; Alev Emisyon, XRF, İyon kromatografisi, ICP-OES vb.) kullanılabilmektedir (Zarcinas et al., 1987).

Bu yöntemlerin temel ilke ve uygulamalarına ilişkin ayrıntılı bilgiler çok sayıda kaynakta verilmiştir (Zarcinas et al., 1987; Soltanpour and Swap, 1977; Matejovic and Durackova, 1994, Novozamsky et al., 1993; Hamze et al., 1984).

ICP-OES tekniğinde kullanılan indüktif olarak eşleşmiş plazma sisteminin çalışma prensipleri Fassel and Kniseley (1974) tarafından ayrıntıları ile anlatılmıştır.

Myers et al. (1948), alev fotometresi ile bitki ve toprak ekstraktlarında K ve Na ölçümlerinde, ortamda yüksek düzeyde Ca ve Mg bulunmasının önemli bir etkide bulunmadığını bildirmektedirler. Araştırmacılar, Na-K etkileşimlerinin de çok düşük olduğunu ve bu nedenle ölçüm tekniğinin, kolay hızlı, tekrarlanabilir, interferans olmadan (Ca, Mg, K, Na) ve çok tecrübeli personel ihtiyacı olmadan toprak ve bitki örneklerinde kullanılabileceğini bildirmektedirler.

Smith and Storey (1971), atomik absorpsiyon spektroskopisinin (AAS) temel ilkelerinin 150 yılı aşkın bir süredir bilindiğini, tekniğin/metodun 1955

yılında ilk kez Walsh tarafından bir çalışmada kullanılmasından sonra çok sayıda alanda (araştırma, endüstri) kantitatif ölçümler için kullanılmaya başlandığını bildirmektedir.

Smith (1979), $H_2SO_4+Se+Li_2SO_4+H_2O_2$ ile yaş yakılan örneklerde, Ca ve Mg belirlemeleri için, Alevli-AAS metodu kullanılarak belirlenmesi durumunda, örneklerle final derişimi 400 ppm olacak şekilde La ilavesi yapılmasının uygun olacağını belirtmektedir.

Havlin and Soltanpour (1980), ICP-OES sistemlerinin Alevli-AAS 'e göre daha düşük LOD² limitlerine sahip olduğunu bildirmektedirler.

Yaş yakmada kullanılan asitlerin ve yakma sonrası elde edilen ekstraktın final özelliklerinin ICP-OES ile ölçümde önemli olduğu ve bu bağlamda pH'dan kaynaklanan matriks etkisinin bertaraf edilmesi gerektiği belirtilmektedir (Havlin and Soltanpour, 1980; Dahlquist and Knoll, 1978; McQuaker et al., 1979; Zarcinas and Cartwright, 1983; Zarcinas et al., 1987).

Havlin and Soltanpour (1980), HNO_3 ile yaş yakma sonucunda elde edilen çözeltilerde ICP-OES metodunun kullanım olanaklarını incelemişlerdir. Araştırmada yalnızca HNO_3 kullanılarak uygulanan yaş yakmanın, HNO_3+HClO_4 karışımı kullanılarak uygulanan yaş yakma yönteminden daha kullanışlı olduğunu rapor etmişlerdir.

Turner and Brooks (1992), otomatik örnekleyicisi olan bir ICP-OES sisteminin laboratuvar çalışanlarının zamandan tasarruf etmesi açısından önemli bir teknik olduğunu belirtmektedir. ICP-OES metodunun elementlerin kantitatif belirlenme süreçlerini kısaltmasının bir sonucu olarak bitki örneklerinin bozundurulması için harcanan sürelerin ne kadar fazla olduğunun farkına varılmasına yol açtığını, dolayısıyla zaman alıcı ve zor işlemler içeren yakma yöntemlerinin yeniden değerlendirilerek daha hızlı yöntemlerin geliştirilmesi için yeni bakış açılarının geliştirilmesine yol açacağını belirtmektedirler.

Bitki analizlerinde P bozundurma sonrası spektrofotometrik veya ICP-OES ile ölçülmektedir. Spektrofotometrik yöntemler de molibdofosforik asit mavi ve vanadomolibdofosforik asit sarı renk yöntemi olarak 2'ye ayrılmaktadır. Sarı renk metodunun duyarlılığı, mavi renge göre ortalama 10 kat daha düşüktür. Bu nedenle

² LOD: Limit of detection

vanadomolibdat sarı renk metodunun daha geniş bir derişim/konsantrasyon aralığında (dinamik aralık) kullanılabilmektedir (Jackson, 1973; Gupta et al., 1993).

Molibdofosforik asit mavi renk metodu duyarlı, güvenilir ve etkin bir şekilde nicel interferanslardan az etkilenen bir yöntem olarak tanımlanmaktadır (Murphy and Riley, 1962; Burns and Hutsby, 1986). Metot, hızlı ve güvenilir olmasından dolayı bitki doku test kiti olarak ta kullanılmaktadır (Burns and Hutsby, 1984; Burns and Hutsby, 1986; Jackson, 1965; Kowalenko and Babuin, 2007).

Vanadomolibdat sarı renk nicel metodu Molibdofosforik asit mavi renk nicel metodundan önce uzun zamandır bilinen ve kullanılmakta olan bir nicel metot olduğu bildirilmektedir (Burns and Hutsby, 1986). Sarı renk yönteminde, oluşan rengin stabilite süresi çok daha uzundur (Pearson, 1970). Yine bu metot için hazırlanmış kimyasal çözeltilerin uzun zaman depolanabilmesi, örneklerin renklendirildikten sonra kısa bir zaman aralığında okunma zorunluluğun olmaması avantaj olarak gösterilmektedir (Burns and Hutsby, 1986). Bu nedenle bitki ekstraktlarında P ölçümlerinde vanadomolibdat sarı renk nicel metodu daha yaygın şekilde kullanılmaktadır (Matar et al., 1988; Elliot and Singer, 1988; Edwards and Beegle, 1988; Gupta et al., 1993).

Bitkide P analizlerinde molibdofosforik asit mavi renk nicel metodunun kullanılması durumunda örneklerin yüksek oranlarda seyreltilmesine gerek duyulmaktadır. Bu durum olası seyreltme hatalarının oluşmasına zemin hazırlayabilmektedir (McLaughling and Champion, 1973; Gupta et al., 1993).

Bitki dokularının yaş yakma yöntemleri ile bozundurulması sonucunda örnekte yaş yakma yönteminde kullanılan asitlerden bir miktar kalabilmektedir. Molibdofosforik asit mavi renk nicel metodu ile ölçüm sırasında meydana gelen amonyumfosfomolibdat kompleksi pH'dan etkilenmektedir. pH değerinin $pH \approx 2,8$ 'in altında olması durumunda söz konusu metot ile belirlemelerde sorunlar oluşabilmektedir. Yakma sonucunda çözeltinin pH değerinin çok düşük olması durumunda indikatör eşliğinde alkali bir çözelti (Na_2CO_3 , $NaOH$, NH_4OH vb.) ile örnek pH'sının ayarlanmasına ihtiyaç duyulmaktadır (Gupta et al., 1993).

Miyazawa et al. (1984), Brezil'yada farklı bitkilere (soya, mısır ve ayçiçeği ve yem/çim) ait yaprak örneklerinde yaş yakma (HNO_3+HClO_4) ve ekstraksiyon (1 N HCl) yöntemlerini P (spektrofotometrik mavi renk); K (alev fotometresi), Ca ve Mg Fe, Mn, Zn ve Cu (AAS) analizleri için karşılaştırmışlardır. Araştırmalarının

sonucunda 2 örnek hazırlama yönteminin Ca, Mg, Mn, Zn, Cu ve P (kısmen) için benzer; K (yaş yakma > ekstraksiyon) ve Fe (ekstraksiyon > yakma) için farklı sonuçlar verdiği belirlenmiştir.

Burns and Hutsby (1986), örtü altında -P ve + P koşullarında yetiştirilen marulların bitki özsuunda P ölçümünü spektrofotometrik sarı ve mavi renk yöntemleri karşılaştırılmıştır. Standart katmanın da uygulandığı araştırmadan elde ettikleri bulguların ışığında örneklerin P içeriklerinin düşük olduğu durumlarda molibdofosforik asit mavi renk metodunun daha güvenilir sonuçlar verdiğini rapor etmişlerdir.

Zheljazkov and McNeil (2008), 4 farklı bitki örneğinde (tütün, pazı, mısır ve süs bitkisi) 5 farklı bozundurma yöntemini [%1 HNO₃ (NA-1); %67 HNO₃ (NA-2); ISO-Aqua Regia-1 (ISO-1); MISO-Aqua Regia-2 (MISO-2) ve kuru yakma (DA)] P, K, Ca, Mg, Na, S, Fe, Mn, Zn, Cu ve B açısından (ICP-OES) karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda: Elementlerin geri kazanım oranlarının, bitki türüne göre değişim gösterdiği, NA-1 ve NA-2 yöntemlerinin yalnızca belirli elementlerin belirlenmesinde kullanılmasının uygun olacağı, MISO-2 yöntemi ile NA-1 ve NA-2 yöntemleri ile benzer veriler elde edilebileceği ve NA-1 ve NA-2 yöntemleri ile bitkilerde S ve B analizlerinde düşük sonuçların alındığı belirtilmektedir.

Topper and Kotuby-Amacher (1990), teflon bir kap içerisinde etüvde ısıtma (30 ml kapasiteli bir teflon kapta HNO₃ ile muamale etme ve gün boyunca 4 kez çalkalamanın ardından bir fırında 110⁰C’de yakma) ile açıkta klasik/standart yaş yakma yöntemini (HNO₃+HClO₄) ,NBS referans materyalleri [narenciye yaprağı SRM 1572, domates yaprağı SRM 1573, çam ibresi SRM 1575, mısır sapı SRM 8412] ve diğer bazı referans materyaller (soğan, patates yaprak sapı, arpa, yonca ve pazı aya ve sapı) bazında karşılaştırmışlardır. ICP-OES ile P, K, Ca, Mg, S, Al, Cu, Fe, Mn, Na, Zn ve B ölçümlerinin yapıldığı araştırmada, teflon kap yöntemi ile klasik yaş yakma ((HNO₃+HClO₄) arasında Al, Cu, Fe ve Mg açısından farklılıklar bulunduğu belirtilmektedir. Bu yöntemin doğru ve güvenilir görüldüğü, diğer laboratuvar sonuçları ile de uyumlu olduğu ve ICP-OES ile anılan elementlerin (Al ve Fe hariç) analizinde kullanılabileceği belirtilmektedir.

Bitkisel materyallerde K tayinleri için yaş- kuru yakma ve ekstraksiyon ile hazırlanmış örneklerde K ölçümüne yönelik çok sayıda çalışma gerçekleştirilmiştir. Araştırma sonuçları HCl ile ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen sonuçların diğer

yakma yöntemleri ile bulunan K değerleri ile yakın ilişkiler içinde olduğunu ortaya koymaktadır (Sahrawat, 1980, 1984; 1987).

Potasyum tayinlerinde, HCl ile ekstraksiyon yönteminin çok sayıda modifiye şekli, farklı bitki türlerinin analizinde kullanılmıştır/denenmiştir (Sahrawat, 1987). Bu bağlamda, Hunt (1982), bitki örneklerinin 0,5 M HCl ile 30 °C sıcaklıkta yavaşça çalkalamak suretiyle ekstraksiyonunun K, Ca ve Mg için yeterli olduğunu rapor etmiştir. Bu şekilde ekstraksiyon ile bulunan K, Ca ve Mg değerlerinin yaş yakma yöntemleri ile bulunan toplam element içerikleri ile önemli derecede ilişkili olduğunu belirtilmektedir.

Hamze et al. (1984), turunçgil yaprak örneklerinde, 6 farklı yakma yöntemini (0,1 ve 1 N HCl ile ekstraksiyon, kaynatma (H₂O), yaş yakma, kuru yakma yöntemleri) K, Ca, Mg ve Na açısından karşılaştırmıştır. Araştırma sonucunda en uygun yöntemin üçlü asit karışımı ile yaş yakma yöntemi olduğu rapor edilmektedir. Bu çalışmada seyreltilmiş HCl ve sıcak su ile ekstraksiyonun yöntemlerinin her ikisinin de K ve Na içeriklerinin belirlenmesinde başarı ile kullanılabileceği belirtilmektedir.

Miyazawa et al. (1984), modifiye HCl ekstraksiyon yönteminin farklı bitki (kahve, soya, mısır, ayçiçeği ve çim yaprak) örneklerinin Ca, Mg, K, Cu ve Zn içeriklerinin belirlenmesi için kullanılabileceğini belirtmektedir.

Sahrawat (1980) farklı bitki (mısır, yer fıstığı, bezelye ve nohut) örneklerinin K içeriklerinin belirlenmesinde 6 farklı bozundurma ve ekstraksiyon yöntemini (HNO₃+H₂SO₄+HClO₄; H₂SO₄+Se; 0,5 N HCl; 2 N NH₄OAc + 0,2 N Mg(OAc)₂; 1 N NH₄OAc ve)0,5 N NH₄OAc karşılaştırmıştır (AAS ölçüm). Araştırmacı hızlı, kolay ve karşılaştırılabilir sonuçlar vermesi nedeniyle bitki dokularında K içeriğinin belirlenmesinde HCl ile ekstraksiyon yönteminin kullanılmasını önermektedir. Çalışmada ekstraksiyon ve bozundurma yöntemleri ile bulunan K değerleri arasında fark bulunmadığı rapor edilmektedir.

Benzer bir çalışmada ise, bitki örneklerinde K analizlerinde farklı bozundurma yöntemleri (H₂SO₄+HNO₃+HClO₄; HClO₄ ve HNO₃+H₂O₂) ile elde edilen sonuçlar arasında önemli farklılık olduğu belirtilmektedir (Sahrawat, 1980).

Yoshida et al. (1976), bitki örneklerinin 1 N HCl ile 17 saat boyunca inkübe edilmesi sonrasında elde edilen ekstrakta K belirlenmesinin, bitkinin K elementi içeriği hakkında fikir sağlayabileceğini belirtmektedir.

Sahrawat (1980), bitkide K analizlerinde 0,5 N HCl ve 0,5-1 N NH_4OAc ekstraksiyon yöntemlerinin bitki örneklerinin K içeriklerinin belirlenmesinde uygulanabilirliği kolay, hızlı ve sonuçlarının doğruluğu bakımından kullanılabileceğini bildirmektedir.

Adler and Wilcox (1985), HClO_4 ve H_2O_2 karışımı ile bozundurulmuş bitki örneklerinde K, Ca ve Mg belirlemelerini alev fotometresi ve AAS ile yapmışlardır. Alev fotometresi ile Ca ölçümünde, örneklere final derişimi %1 olacak şekilde La katılmasının interferansları önlemede yeterli olacağı bildirilmektedir.

Bitkide Ca analizlerinde yakma aşamasından sonra elde edilen ekstrakta toprak analizlerinde kullanılan ölçüm teknikleri ile belirleme yapılmaktadır.

Bitkide Ca analizlerinde klasik yaş ve kuru yakma yanında sıralı ekstraksiyon adı verilen bir yöntem ile de Ca fraksiyonları belirlenebilmektedir. Sıralı ekstraksiyon yönteminde örnekler sıra ile H_2O , tuz, HOAc ve seyreltik HCl çözeltisi ile ekstrakte edilmektedir. Bu yöntemle Ca'un inorganik ve organik asit tuzları (bileşikler) ekstrakte edilmektedir (Bradfield, 1977).

Bradfield (1977), taze ve kuru çilek yaprak (aya ve sapı) örneklerinin Ca içeriklerini H_2O ; 0,5 M NaNO_3 , 2 M HOAc ve 2 M HCl ekstraksiyon yöntemi ile incelemiştir. AAS ile nicel ölçümün yapıldığı çalışmada; taze (kurutulmamış) Ca içeriklerinin ekstraksiyon yöntemlerine göre önemli farklılıklar gösterdikleri saptanmıştır. Araştırma sonucunda pratik açıdan önemli sonuçlar rapor edilmektedir. Bunlar; i. Yaprak materyallerinin Ca içeriklerinin belirlenmesi için H_2O ve HCl ekstraksiyon yöntemleri yeterli ve başarılı görünmektedir. ii. Yaprak örneklerinin ekstraksiyon öncesi durumları (taze/yaş veya kuru) Ca sonuçlarını etkilemektedir. iii. Oluşan farklılıkların ekstraksiyon işlemleri sırasında da meydana gelebilme olasılığı bulunmaktadır iv. Ekstraksiyon işlemi sırasında oksalik asit oluşumu gerçekleşebilir. v. Ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak ölçümlerde birtakım problemlerle karşılaşılma olasılığı bulunmaktadır.

Bitkide S analizlerinde, kuru veya yaş yakma yöntemleri ile orijinal örnekteki farklı S bileşiklerinin tamamı önce SO_4^{2-} haline dönüştürülmektedir.

Bozundurmadan sonra ölçümler için spektrofotometrik, türbidimetrik, iyon kromatografik veya ICP teknikleri kullanılmaktadır (Benton Jones and Isaac, 1972; Lachica, 1964; Randall and Spencer, 1980; Novozamsky et al., 1986).

Soon et al., (1996) nicel S belirleme metotlarının hiçbirinin duyarlılık, kesinlik, doğruluk, uygulama hızı ve kolaylık gibi özellikleri bir arada bulundurmadığını, bu bağlamda, otomatik türbidimetrik metodun duyarlılığının çok düşük olduğunu belirtmektedir.

Kükürt (S) tayinlerinde kullanılan klasik kantitatif analiz metotlarının uygulanması ile ilgili çok sayıda problem ve farklılık ile karşılaşıldığı, bunların metottan kaynaklanan ve örnekten kaynaklananlar şeklinde ikiye ayrıldığı rapor edilmektedir (Beaton et al., 1968; Randall and Spencer, 1980).

Kükürt tayinleri için geçmişte çoğunlukla türbidimetrik metotların kullanıldığı izlenmektedir (Lachica, 1964; Chesuin and Yiern, 1950; Novozamsky et al., 1986).

Türbidimetrik yöntemler ilke olarak, ortama $BaCl_2$ ilavesi ile oluşan $BaSO_4$ çökeleğinin bulanıklığının ölçümüne dayanmaktadır. Organik anyonlar ve rengin türbidimetrik ölçümlerde interferans oluşturduğu bildirilmektedir (Novozamsky et al., 1986).

Kükürt ölçümlerinde, türbidimetrik metotların dışında metilen mavisi gibi farklı spektrofotometrik/kolorimetrik metotlar da bulunmaktadır (Johnson and Nishita, 1952; Novozamsky et al., 1986). H_2S 'e redüksiyon ve onun reaksiyonları ile oluşan metilen mavisinin, kolorimetrik ölçümüne dayanan yöntem yüksek doğruluk ve duyarlılığa sahip olmasına karşın zaman alıcı kabul edilmektedir (Soon et al., 1996).

ICP-OES metodu ile S belirlemelerinde, plazmada oluşan yüksek sıcaklıklar aracılığı ile, S'e ait UV bölgesinde de izlenebilecek birden fazla emisyon çizgisi olduğu ve bu şekilde örneklerin S içeriklerinin nicel olarak güvenilir bir şekilde tayin edildiği belirtilmektedir (Novozamsky et al., 1986).

ICP-OES metodu ile S ölçümlerinde en önemli dezavantajın, örnekte toplam S içeriğinin belirlenmesinde dezavantaj olarak, ekstraksiyon sırasında ekstraksiyon çözeltisine geçen kolloidal ve organik bileşiklerde bulunan S'ün plazmada var olan

yüksek sıcaklık nedeniyle iyonize olması ve SO_4^{2-} -S içeriğinin bu teknikle ayrı belirlenemiyor olması gösterilmektedir (Finch et al., 1990).

Bitki analizlerinde, açıkta yaş yakma yöntem ile yapılan bozundurmelerde S'ün bir kısmının uçma şeklinde kayıp riski taşıdığı, ayrıca organik maddenin tamamen okside olamaması (asitlerin ortamı çabuk terk etmesi vb.) durumunda da kayıpların söz konusu olabileceği belirtilmektedir. Bu nedenle biyolojik örneklerde S analizlerinde kapalı yaş yakma yöntemlerinin kullanılmasının avantajlı olduğu belirtilmektedir (Bethge, 1956; Blanchar et al., 1965; Randall and Spencer, 1980).

Bitki analizlerinde yaygın olarak kullanılan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ ile yaş yakma yönteminin, S ölçümlerinde bazı durumlarda düşük ve tekrarlaması zayıf sonuçlar verdiği bildirilmektedir (Randall and Spencer, 1980).

Kükürt analizlerinde kullanılan metotlarının en dezavantajlı yanlarının zaman alıcı olmaları, pahalı laboratuvar araç gereçlere ihtiyaç duyulması ve çok tecrübeli personel tarafından gerçekleştirilmesi olduğu belirtilmektedir (Finch et al., 1990).

Soon et al (1996), bitkide toplam S analizleri için çok sayıda yöntem olduğunu, bununla birlikte çeşitli metotları karşılaştıracak çok az çalışma olduğunu bildirmektedirler. Araştırmacılar farklı bitkisel materyaller (narenciye yaprağı, kanola tohumu, mısır yaprağı, çam ibresi, üçgül sapı ve buğday unu) ile yaptıkları çalışmada 6 farklı yöntemi [kuru yakma-ICP; oksijen balonunda yakma (oxygen flask combustion)-ICP; oksijen balonunda yakma-iyon kromatografisi; CNS cihazı ile yakma ve mikrodalga ile 2 yaş yakma metodu ($\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ ve $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{HCl}$)-ICP] karşılaştırmışlardır. Sonuçlara göre yöntemler $\text{CNS} = \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{HCl}$ -ICP > oksijen balonunda yakma = kuru yakma > $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ -ICP şeklinde sıralanmaktadır.

Bitkide Fe tayinleri toplam ve aktif Fe şekline yapılabilmektedir (Başar,1995). Toplam Fe elementi tayinlerinin bitkilerin Fe ile beslenmesinde yeterince güvenilir bilgiler vermediği kabul edilmektedir (Lang and Reed, 1987). Nitekim birçok çalışmada klorotik görümlü yaprakların yeşil görümlü yapraklara nazaran daha fazla miktarda Fe içerdikleri tespit edilmiştir (Bennett, 1945; Mengel and Bübl, 1983).

Oserkowsky (1933), kurutulmuş yaprak örneklerinde toplam Fe tayini yerine 0,1 N HCl ile ekstrakte edildikten sonra bulunan Fe içeriklerinin daha iyi bir belirteç olduğunu belirtmektedir. 0,1 N HCl ile bitki yapraklarından ekstrakte edilen Fe fraksiyonu “Aktif Fe” olarak tanımlanmaktadır.

Takkar and Kaur (1985) taze bitki dokularının 0,1 N HCl ile ekstraksiyonu sonucunda bulunan Fe içeriğinin birçok bitki türünde Fe klorozunun teşhis ve tedavisinde bir araç olarak kullanılabileceğini rapor etmişlerdir.

Matejovic and Durackova (1994), yonca örneklerinde mikro dalga ile ekstraksiyon ve yaş yakma yöntemlerini Ca, Mg, K, Na, Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerini belirlemede kullanmışlardır. Ölçümler sırasında P'dan kaynaklanan interferansın giderilebilmesi için Fe, Cu, Zn ve Mn belirlemelerinde çözeltilere ortalama %1 La ilave edilmesinin uygun olacağını rapor etmişlerdir.

Miyazawa et al. (1984), farklı bitki türlerine ait örneklerde ekstraksiyon ve yaş yakma yöntemlerini K (alev fotometresi), Fe, Cu, Zn ve Mn (AAS) belirlemeleri için karşılaştırmışlardır. Çalışmalarında yaş yakma yöntemi ve ekstraksiyon yönteminin örneklere uygulanması sonucunda elde edilen Ca, Mg, K, Mn, Zn, Cu, Fe ve P değerlerinin birbiriyle olan ilişkilerini incelemişlerdir. Araştırmalarının neticesinde; çalışmada kullanılan yöntemler ile tüm bitki örneklerinde belirlenen Ca, Mg, Mn, Zn, Cu ve nispeten P değerlerinin birbirine benzer bulunduğu, Fe ve K içeriklerinin ise yöntemler arasında farklılık gösterdiği K değerlerinin yaş yakma yöntemiyle ekstraksiyon yöntemine kıyasla daha yüksek bulunduğu, Fe değerlerinin ise ekstraksiyon yöntemiyle yaş yakma yöntemine kıyasla daha fazla bulunduğunu rapor etmişlerdir.

Dokiya et al. (1975), standart NBS-SRM 1571 (meyve yaprağı) materyalinde farklı yaş yakma yöntemlerini (Kjeldahl tüplerinde; $H_2SO_4+HNO_3$, $HCl+HNO_3$, $HClO_4+HNO_3$, H_2SO_4 , HCl , HNO_3 ve $HClO_4$) Fe, Zn, Mn, Cu ve Pb analizleri açısından alevli ve alevsiz AAS ile ölçüm ile karşılaştırmışlardır. Araştırma sonucunda alevli AAS ile Fe, Mn, Cu ve Zn ölçümlerinde en iyi kombinasyonun $H_2SO_4+HNO_3$ olduğunu bunu $HCl+HNO_3$ kombinasyonun izlediğini; alevsiz AAS ile ölçümlerde ise yalnızca HNO_3 'in Cu, Zn ve Pb için en uygun yöntem olduğunu rapor etmektedirler.

Bitkide B analizi için farklı yaş ve kuru bozundurma yöntemleri bulunmaktadır. Kuru yakma yöntemlerinin, yaş yakma yöntemlerine göre daha az

kontaminasyon ve kayıp dolayısı ile tercih edildiği belirtilmektedir (Sah and Brown, 1997).

Banuelos et al. (1992) ve Banuelos and Akohoue (1994) bitkilerde B analizinde örnek hazırlama (yakma yöntemi) ile ilgili belirsizliklerin bulunduğunu bildirmektedirler. Araştırmacılar yakma yönteminin seçiminde; bitki materyalinin özelliği, istenen duyarlılık, laboratuvar kapasitesi, uygulama kolaylığı ve ekonomik faktörlerin belirleyici olduğunu kaydetmektedirler.

Gestring and Soltanpour (1981a) yaş yakma yönteminde kullanılan borosilikat cam malzemeden meydana gelen B kontaminasyonunu belirlemek üzere yaptıkları çalışmanın (2 farklı yaş yakma yöntemi ile borosilikat cam tüpler ve plastik tüplerde yakma) sonucunda; borosilikat tüplerden yüksek miktarlarda B kontaminasyonun olduğunu, ancak bu etkinin aynı tüplerde 2-3 yakmadan sonra azaldığını, nalgene tüplerde kontaminasyonun az buna karşın kullanım ömürlerinin düşük (belirli sayıda analizden sonra deformasyon) olduğunu bildirmektedirler.

Gestring and Soltanpour (1981a), Williams and Vlamis'e atfen kuru yakma yöntemi ile bozundurma sırasında kül fırınında örnek başına 10 µg'lık bir B kontaminasyonunun meydana geldiğini rapor etmektedir.

Mikro dalga tekniği ile bozundurma (asit veya asit karışımları ile) son dönemlerde B analizlerinde en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Bitkide B analizlerinde mikro dalga yöntemi ile örnek hazırlamanın kontaminasyon sorunlarını azalttığı ve zaman tasarrufu (kısa süre) sağladığı ve bu nedenle son derece avantajlı bir yakma yöntemi olduğu rapor edilmektedir (Banuelos and Akohoue, 1994). Bu yöntem ile elde edilen ekstraktlarda B ölçümü farklı analitik yöntemler/tekniklerle yapılabilmektedir (Sah and Miller, 1992; Corl, 1991; Kingston and Jassie, 1988; Van Delft and Vos, 1988; Topper and Kotuby-Amacher, 1990; Pennington et al., 1991; Banuelos and Akohoue, 1994).

Bitki örneklerinde B analizlerinde bozundurmadan sonra elde edilen ekstraktlarda B ölçümü için geçmişten günümüze kadar farklı teknikler (potansiyometrik, spektrofotometrik, florimetrik, kütle spektroskopik, iyon kromatografik, nötron aktivasyon analizi ve ICP-OES) kullanılabilmektedir. Bu yöntemler arasında en yaygın kullanılan yöntemin spektrofotometrik yöntemler olduğu kaydedilmektedir (Ahmad et al., 2012; Sah and Brown, 1997; Sarkar et al., 2014).

Bitki analizlerinde kullanılan spektrofotometrik yöntemlerin curcumin, carmin, quinalizarin, arsenazo, crystal violet ve azomethin-H olduğu belirtilmektedir (Capelle, 1961; Wolf, 1971; Grinstead and Snider, 1975; Garcia et al., 1985; Berger and Truog, 1939; Williams, 1979; Sarkar et al., 2014). Bu yöntemlerin tamamında temel ilke, B'un, azo boyar maddeler ile oluşturduğu renk kompleksinin ölçümüne dayanmaktadır (Sarkar et al., 2014).

Quinalizarin ve karmin metotlarının en büyük dezavantajının, rengin oluşumu için konsantre H_2SO_4 varlığında çalışılma zorunluluğu gösterilmektedir (Gaines and Mitchell, 1979; Wolf, 1971).

Curcumin metodunun quinalizarin ve karmin metoduna kıyasla bazı avantajları olmasına rağmen, söz konusu metodun özellikle NO_3 tarafından interferansa uğratılması ile metodun HNO_3 içeren yaş yakma yöntemleri sonrasında kullanılmasını sınırlamaktadır/engellemektedir (Gaines and Mitchell, 1979; Wolf, 1971).

Azomethin-H metodu ile B belirlemesinin, klasik quinalizarin, karmin ve curcumin metotlarının yerini aldığı belirtilmektedir (Gaines and Mitchell, 1979). Günümüzde, azomethin-H yönteminin hızlılık, basitlik, yüksek duyarlılık ve düşük interferans özellikleri ile dünya genelinde en yaygın kullanılan yöntem olduğu rapor edilmektedir (Ahmad et al., 2012; Sarkar et al., 2014).

Spektrofotometrik Bor ölçüm metotlarının çoğunlukla ekonomik olduğu ve potansiyel interferanslardan³ etkilendikleri ve bazılarının rutin laboratuvar analizi olmaktan uzak göründükleri belirtilmektedir (Ahmad et al., 2012; Wolf, 1971; John et al., 1975; Gestring and Soltanpour, 1981; Sarkar et al., 2014).

Basson et al. (1969) Al, Cu ve Fe elementlerinin, azomethin-H metodunda interferansa yol açtığını ve söz konusu interferansların 0,25 M EDTA çözeltisi ile giderilebileceğini bildirilmektedir (Wolf, 1971; Sarkar et al., 2014).

Bor, spektrofotometrik metotlar yanında ICP-OES tekniği ile de belirlenebilmektedir (Ahmad et al. 2012; Andrade Korn et al., 2008; Bressy et al., 2013). ICP-OES metodu ile farklı bitkisel materyallerde B ölçümleri ile ilgili çok sayıda çalışma bulunmaktadır. (Bressy et al., 2013; Enders and Lehmann, 2012; Gestring and Soltanpour, 1981b). ICP-OES tekniği ile B ölçümlerinin, Azomethin-

³ Fe, Cu, Zn, Al, Mo, F, pH ve örnek rengi

H metodu ve diğer spektrofotometrik B belirleme yöntemlerine göre daha duyarlı ve tekrarlanabilir olduğu belirtilmektedir (Fassel and Kniseley, 1974; Gestring and Soltanpour, 1981b)

Huang and Schulte (1985), yonca örnekleri ve seçtikleri referans bitki materyallerini (SRM 1572 turuncgil yaprağı; SRM 1573 domates yaprağı) farklı asit veya asit karışımları ($\text{HNO}_3+\text{HClO}_4$, HNO_3 , $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$, $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{H}_2\text{O}_2$ ve $\text{HCl}+\text{H}_2\text{O}_2$) ile yakarak, P, Ca, Mg, S, Fe, Cu, Zn, B element içerikleri yönünden karşılaştırmışlardır. Çalışmada $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$ yaş yakma yönteminin doğruluk, ekonomiklik, güvenilirlik ve hızlilik kriterleri açısından ön plana çıktığı rapor edilmektedir.

Isaac and Jones (1972), 5 farklı bitki örneği ve 1 referans materyalde (SRM No. 1571) farklı sıcaklık (400, 500, 600 ve 700 °C) ve sürelerde (4-15 h) kuru bozundurmaya 13 element (P, K, Ca, Mg, Fe, Mn, Zn, Cu, B, Al, Ba, Mo, Sr) açısından karşılaştırmışlardır. Araştırmada; kuru yakma yöntemleri arasında P, Ca, Mg ve Zn açısından fark meydana gelmediği; K, Fe, Mn, Cu ve B açısından ise önemli farklılıkların meydana geldiği bildirilmektedir. Araştırmacılar güvenilir ve doğru sonuçların elde edilmesi açısından 500 °C'de 4 saat süreyle kuru bozundurmaya önermektedirler

Matejovic and Durackova (1994), yonca yaprak örneklerini mikro dalga sistemde HNO_3 (MWD1) ve $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$ (MWD2) karışımı; klasik yaş yakma [$\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4+\text{HClO}_4$ (AD)], kuru yakma (DWM) ve 1 M HCl ekstraksiyon yöntemi (S) ile bozundurmuş ve ekstrakte etmişlerdir. Ekstraktlarda P, K, Ca, Mg, Na, Fe, Cu, Zn ve Mn ölçümleri yapılmıştır. Çalışmanın sonucunda test ettikleri örnek bozundurma yöntemleri ile bulunan Ca, Mg, K, P, Na, Fe, Cu, Zn ve Mn değerlerinin birbirine yakın olduğunu; mikro dalga yakma yönteminin diğer yakma yöntemlerine kıyasla hız, tekrarlanabilirlik ve düşük kontaminasyon riskleri nedeniyle öne çıktığını, kuru yakma yöntemi ile de iyi sonuçların alındığını belirtmektedirler.

Rao et al. (1998), 9 farklı bitkisel materyalde (Mango yaprak, hardal yaprak, sap ve dane; bezelye sap ve dane, soya sap ve buğday sap ve dane) K içeriğinin belirlenmesinde farklı ekstraksiyon ve bozundurma, 0,5 N NH_4OAc ve 1 N NH_4OAc ; $\text{HNO}_3+\text{HClO}_4$; $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4+\text{HClO}_4$; $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{H}_2\text{O}_2$) yöntemlerini karşılaştırmışlardır. Araştırmada 0,5 N HCl, 1 N HCl ekstraksiyon yöntemleri için farklı çalkalama ve bekletme/inkübasyon süreleri de denenmiştir. Araştırma

sonucunda, 0,5 N HCl (5 dak. çalkalama) ve 1 N NH₄OAc ve 3'lü yakama asidi (HNO₃+H₂SO₄+HClO₄) yöntemlerinin benzer sonuçlar verdiği ve bu 0,5 N HCl (5 dak. çalkalama) ve 1 N NH₄OAc yöntemlerinin bitki örneklerinin K içeriklerinin belirlenmesinde kullanılabileceği rapor edilmektedir.

Rechcigl and Payne (1990), mikro dalga, kuru ve klasik yak yaş yakma yöntemlerini farklı bitkisel materyaller ile (ada mimozası, İtalyan çimi, yonca, çim ve mısır) P, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn içerikleri bakımından karşılaştırmışlardır. Araştırmada 3 yakma yöntemi ile benzer sonuçların alındığı; basit ve hızlı güvenilir oluşun, mikrodalga yöntemini diğer 2 yönteme göre avantajlı kıldığını, bununla birlikte, örnek sayısı arttıkça mikrodalga'nın hız avantajının anlam kaybına uğradığı (12 örnek/işlem) belirtilmektedir. Araştırmacılar mikro dalga ünitesinin fiyatı ile her seferde az örnek ile çalışma gibi sınırlamaların, mikro dalga'nın diğer avantajlarını gölgeleyebileceğini de belirtmektedirler.

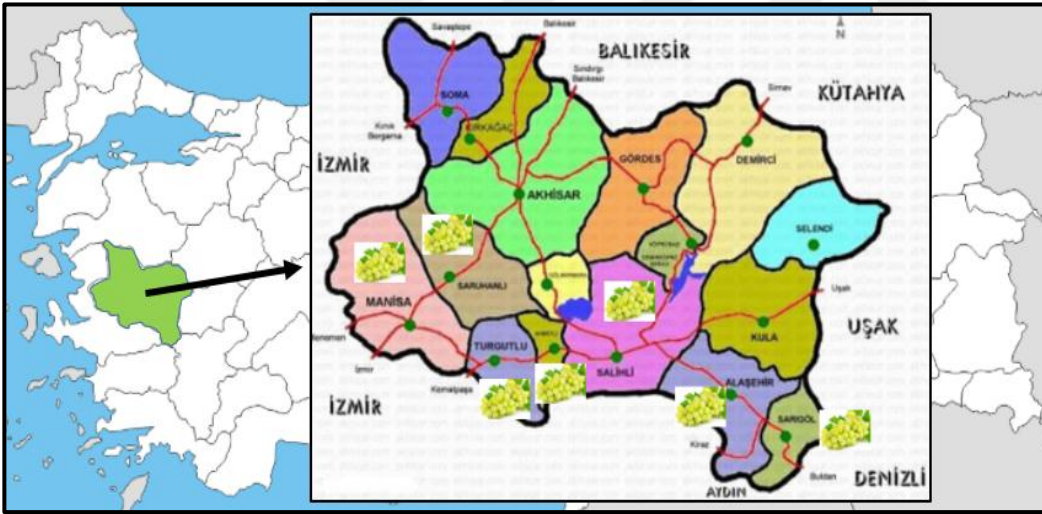
3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal: Araştırma materyalini Manisa ilinde bağ tarımı yapılan 34 bağ alanlarından alınan toplam 68 adet toprak (0-30 ve 30-60 cm) ve toplam 68 adet yaprak (yaprak ayası ve yaprak sapı) örneği oluşturmaktadır. Konuya ilişkin detaylı bilgiler alt başlıklar kısa bilgiler aşağıda verilmiştir.

3.1.1. Araştırma /Örnekleme Alanı ile İlgili Genel Bilgiler:

3.1.1.1: Coğrafi Konum:

Araştırmada seçilen bağ alanları Gediz havzasında yer almaktadır. (Şekil 3.1.). Gediz havzası toplam 17.000 km²'lik bir alanı kaplamaktadır. Havzaya ismini veren Gediz nehri ise Kütahya il sınırları içerisinde bulunan Murat ve Şaphane dağlarından doğmakta olup Foça ve Çamaltı tuzlası arasında bulunan noktadan İzmir körfezine dökülerek son bulmaktadır.



Şekil 3.1. Örnekleme yapılan bağ alanlarının konumları

3.1.1.2 Örnekleme Alanının İklim Özellikleri

Araştırma alanı, Köppen and Gieger (1936), sınıflandırmasına göre iklim yönünden Cs kategorisi içerisinde yer almaktadır. Cs kategorisi, kışları ılıman ve yağışlı, yaz ayları yağışsız ve kurak iklim özellikleri göstermektedir (Turunçoğlu et al. 2018).

Manisa iline ait uzun yıllar (1970-2011) iklim verilerine göre, yıllık toplam yağış ortalaması 706,4 mm, ortalama sıcaklık 17,0 °C, max sıcaklık 45,5 °C , min sıcaklık ise -17,5 °C'dir (MGM, 2018).

3.1.1.3. Bağ Alanlarına İlişkin Genel Bilgiler

3.1.1.4. Örnekleme Yapılan Bağlara İlişkin Genel Bilgiler

Çalışmada kullanılan toprak ve yaprak örnekleri, Manisa'da sultani çekirdeksiz üzüm (*Vitis vinifera* L.) yetiştiriciliğinin yoğun olarak yapıldığı 7 ilçeden (Merkez (4 bağdan), Saruhanlı (6 bağdan), Turgutlu (5 bağdan), Ahmetli (1 bağdan), Salihli (7 bağdan), Alaşehir (7 bağdan) ve Sarıgöl (4 bağdan) ve 2003 sezonunda alınmıştır. Örnek alınan bağların, alanları 3-50 da; yaşları 4-20, verim miktarları 350-850 kg/da (kuru üzüm)'dir (Çizelge 3.1.).

Çizelge 3.1. Örnekleme yapılan bağlara ilişkin genel bilgiler

No	Bağ Sahibi	Örnekleme Yeri	Alan (da)	Bağın Yaşı (yıl)	Verim (kg/da)	Anaç
1	M. A.	Merkez	50	10	600	Yerli
2	M. A.	Merkez	20	12	600	Yerli
3	H. Ö.	Merkez	6	7	500	Yerli
4	Ö. B.	Merkez	12	12	500	Yerli
5	Ö. F. G.	Saruhanlı	15	6	800	Yerli
6	Y. K.	Saruhanlı	20	12	700	Yerli
7	H. T.	Saruhanlı	18	6	550	Yerli
8	M. Y.	Saruhanlı	10	14	450	Yerli
9	İ. Y.	Saruhanlı	5	12	850	Yerli
10	A. H.	Saruhanlı	13	13	700	Yerli
11	H. E.	Turgutlu	5	17	400	Yerli
12	Y. C.	Turgutlu	13	12	500	Yerli
13	E. A.	Turgutlu	5	13	300	Yerli
14	H. P.	Turgutlu	8	4	550	Yerli
15	M. S.	Turgutlu	12	8	350	Yerli
16	Y. E.	Ahmetli	9	5	500	Yerli
17	T. A.	Salihli	8	4	500	Yerli
18	A. K.	Salihli	13	12	700	Yerli
19	C. A.	Salihli	50	4	450	Yerli
20	M. D.	Salihli	16	4	500	Yerli
21	H. Ö.	Salihli	25	14	800	Yerli
22	Y. D.	Salihli	25	8	450	Yerli
23	S. D.	Salihli	12	4	400	Yerli
24	İ. T.	Alaşehir	5	20	700	Yerli
25	M. M.	Alaşehir	5	6	800	Yerli
26	H. A.	Alaşehir	10	15	500	Yerli
27	Z. E.	Alaşehir	5	8	600	Yerli
28	R. Ş.	Alaşehir	10	12	800	Yerli
29	M. K.	Alaşehir	5	11	850	Yerli
30	V. D.	Alaşehir	3	10	500	Yerli
31	M. Y.	Sarıgöl	13	7	650	Yerli
32	O. Y.	Sarıgöl	25	8	800	Yerli
33	M. K.	Sarıgöl	8	15	750	Yerli
34	R. A.	Sarıgöl	10	8	650	Terli

Örneklemelerin gerçekleştirildiği bağların dikim sıklığı 3,00 X 2,00 m olup, bağların tamamı T ve Y terbiye sistemi bulunmakta ve anaç olarak yerli anaç (tatlı çubuk) kullanılmaktadır. (Resim 3.1. ve Resim 3.2.).



Resim 3.1. Örnekleme yapılan bağlardan bir görünüm (Ocak-2003)



Resim 3.2. Örnekleme yapılan bağlardan bir görünüm (Mayıs-2003)

Bağ Alanlarının Toprak Özellikleri: Çalışmada yer alan bağ alanları 7. Yaklaşım Toprak Taksonomik sınıflandırma sistemine göre Entisol sırası, Fluvent alt sırası ve Xerofluvent büyük grubu içinde yer almaktadır. Örnekleme yapılan bağların büyük çoğunluğu alüviyal büyük toprak grubunda yer almaktadır. (Altınbaş,2004).

3.2. Yöntem: Bu kısım toprak analizleri (örneklerinin alınması ve analizlerde kullanılan yöntemler), bitki analizleri (örneklerinin alınması ve analizinde kullanılan yöntemler), analiz maliyetlerinin hesaplanması ve istatistiki analizler olmak üzere 4 alt başlık halinde verilmiştir.

3.2.1. Toprak Analizleri

3.2.1.1. Toprak Örneklerinin Alınması ve Analize Hazırlanması

Toprak örnekleri 21.01.2003 (Merkez ilçe)- 26.01.2003 (Alaşehir) tarihleri arasında Manisa bağlarını temsilen seçilen toplam 34 bağdan 0-30 ve 30-60 cm olmak üzere 2 derinlikten Murat Tutam tarafından Çizelge 3.2.'de verilen tarihlerde bizzat alınmıştır.

Çizelge 3.2. Toprak ve yaprak örneklemelerinin gerçekleştirildiği tarihler

İlçe Adı	Toprak Örneklemesi Tarihleri	Yaprak Örneklemesi Tarihleri
Merkez	21.01.2003	27.05.2003
Turgutlu	22.01.2003	30.05.2003
Salihli-Ahmetli	23.01.2003	29.05.2003
Saruhanlı	24.01.2003	29.05.2006
Sarıgöl	25.01.2003	28.05.2003
Alaşehir	26.01.2003	28.05.2003

Bu çerçevede, her bağın 15 ayrı noktasından (omcaların taç izdüşümü) burğu ile alınan örnekler (Bkz. Resim 3.3.) ayrı kovalarda toplanmış ve iyice karıştırıldıktan sonra bundan yaklaşık 4-5 kg örnek alınmıştır. Laboratuvara getirilen toprak örneklerinin bir kısmı nitrat ve amonyum analizleri için ayrılmış geriye kalan kısmı ise gölgede hava kurusu hale getirilinceye kadar kurutulmuştur. Hava kurusu hale getirilen örnekler 2 mm'lik elekten elenerek analize hazır hale getirilmişlerdir. Örnekler saklama kaplarında (vida kapaklı plastik kap) oda sıcaklığında, doğrudan güneş ışığına maruz bırakılmadan laboratuvar şartlarında gerekli iş ve işlemler için depolanarak muhafaza edilmiştir (Schaller, 1988; Hoffmann, 1991).

Nitrat ve amonyum analizleri için ayrılan örnekler nemli (taze) halleri ile 5 mm'lik elekten elenerek analize hazır hale getirilmiştir.



Resim 3.3. Toprak örneklerinin alınması (Ocak-2003)

3.2.2. Toprak Analizlerinde Kullanılan Yöntemler:

3.2.2.1. pH ve EC Analizleri: Toprak örneklerinin pH ölçümleri için örnek hazırlamada Satürasyon Macunu (pH_{sat}); Toprak: Su Süspansiyonları ($pH_{1:1}$, $pH_{1:2,5}$ ve $pH_{1:5}$); 0,01 M $CaCl_2$ (pH_{CaCl_2}), 1 M $BaCl_2$ (pH_{BaCl_2}) ve 0,01 M KCl olmak üzere 7 yöntem kullanılmıştır (Jackson, 1958; Biilmann and Jensen, 1927; Kacar, 1995; Hoffman, 1991, König et al., 2009). Örneklerde pH ölçümleri cam elektrotlu pH metre ile yapılmıştır (pH ve EC cihazı ve ölçümlerinde uygulanan usuller Ek Çizelge 2'de verilmektedir.

EC ölçümleri; pH_{sat} , $pH_{1:1}$, $pH_{1:2,5}$ ve $pH_{1:5}$ yöntemleri ile hazırlanmış örneklerde EC metre ile yapılmıştır (Schlichting and Blume, 1966, König et al., 2009, Schaller, 1998).

3.2.2.2. Kireç ($CaCO_3$) Analizleri:

Kalsimetrik Yöntem ($CaCO_{3s}$) (Sparks et al., 1996); Referans Kalsimetrik Yöntem ($CaCO_{3ref}$) (Schaller, 1988); Titrimetrik Yöntem ($CaCO_{3tit}$) (Özgümüş, 1994) ve Aktif Kireç ($CaCO_{3aktif}$) (Drouineau, 1942) olmak üzere toplam 4 yöntem kullanılmıştır.

3.2.2.3. Toplam Organik Karbon Analizleri:

Toprak örneklerinin organik madde (organik C) içeriklerinin belirlenmesinde 4'ü doğrudan ve 2'si dolaylı olmak üzere toplam 6 farklı yöntem uygulanmıştır.

Doğrudan yöntemler Dumas (TOC_{dumas}) (Jimenez and Lambda, 1993); Walkley-Black (TOC_{wb-tit}) (Kacar, 2009); Spektroskopik Walkley-Black ($TOC_{wb-spek}$) (Schaller, 1988) ve Yanma Kaybı (TOC_y)'dan (Schaller, 1988) oluşmaktadır.

Dolaylı yöntemler: Kjeldahl'dan hesap (TOC_{kj}) Yöntemi; Yöntemin teorik esası, toprak organik maddesinin %5'nin (1/20) toplam N içerdiği öngörüsüne/kabulüne dayanmaktadır (Kacar, 2009). Humus (TOC_{humus}) Yöntemi; Yöntemin esası, örneklerin 0,1 M $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ ve 0,1 M NaOH karışımı ile çalkalanması ve elde edilen ekstraktın organik C içeriğinin (humus) Spektroskopik Walkley-Black yöntemi ile analizine dayanmaktadır (Kononova, 1958).

3.2.2.3. Tekstür (Bünye) Analizleri:

Tekstür (bünye analizinde) Bouyoucos (Hidrometre) yöntemi (T_b) (Bouyoucos ,1927); Pipet yöntemi (T_p) (König et al., 2009) ve İşba ($T_{işba}$) (Schlichting and Blume, 1966) yöntemi kullanılmıştır.

3.2.2.4. Azot (N, NO_3-N ve NH_4-N) Analizleri:

3.2.2.4.1. Toplam Azot (N) Analizleri:

Toplam N analizlerinde, 6 yöntem kullanılmıştır. Yöntemlerden Kjeldahl (TN_{kj}) (Bremner,1965) ve Dumas Yöntemi (TN_{dumas}) (Matejovic, 1997) doğrudan analiz yöntemleridir. Kalan 4 yöntem ise indirekt toplam N hesaplama yöntemidir. Hesaplama yöntemleri organik madde analizlerinde kullanılan farklı yöntemler (TOC_{wb-tit} , $TOC_{wb-spek}$, TOC_y ve TOC_{humus}) ile bulunan sonuçların %5'nin N olduğu esasına dayanmaktadır.

3.2.2.4.2. Mineral N (NO_3-N ve NH_4-N) Analizleri:

Mineral (inorganik)N analizleri ekstraksiyon ve ölçüm olmak üzere 2 aşamada gerçekleştirilmiştir.

Toprak örneklerinin $\text{NO}_3\text{-N}$ ve $\text{NH}_4\text{-N}$ içeriklerinin belirlenmesinde 2 M KCl (Bremner, 1965); 1 M NaCl +0,1 M CaCl_2 (Hoffmann, 1991) ve %1'lık $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ (Griffin et al., 2009) olmak üzere 3 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanmıştır.

Ekstraktlarda nitrat ölçümleri için 3 spektroskopik yöntem: Griess-Ilosvay metodu ($\text{NO}_3\text{-nned}$) (Cruz and Louçao, 2002), Salisilik Asidin Trans-Nitrasyonu metodu ($\text{NO}_3\text{-Nasa}$) (Sah, 1994) ve Spektrofotometrik-UV metodu ($\text{NO}_3\text{-Zn210}$) (Schaller, 1988; Wehrmann and Scharpf, 1979) kullanılmıştır.

Amonyum ölçümleri için de 3 spektroskopik yöntem: Salisilik Asit metodu ($\text{NH}_4\text{-sa}$) (Kempers and Zweers, 1986), Fenolhipoklorit metodu ($\text{NH}_4\text{-fh}$) (Kempers, 1974) ve Berthelot metodu ($\text{NH}_4\text{-b}$) (Searle, 1984) kullanılmıştır.

3.2.2.5. Katyon Değişim Kapasitesi (KDK) Analizleri:

KDK analizlerinde 4'ü doğrudan (1-4) ve 4'ü dolaylı (hesaplama) olmak üzere toplam 8 yöntem kullanılmıştır. Doğrudan yöntemler Amonyum Asetat yöntemi ($\text{KDK}_{\text{NH}_4\text{-c}}$) (Kacar, 2009), Sodyum Asetat yöntemi (KDK_{Na}), Baryum Klorür-1 yöntemi ($\text{KDK}_{\text{Ba-1}}$) ve Baryum Klorür-2 yöntemi ($\text{KDK}_{\text{Ba-2}}$) (König et al., 2009) yöntemlerinden oluşmaktadır. Dolaylı yöntemler ise Amonyum Asetat hesap yöntemi ($\text{KDK}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$) (Alban and Kellogg, 1959), Morgan hesap yöntemi ($\text{KDK}_{\text{Morgan}}$) (McIntosh, 1969), Mehlich-3 hesap yöntemi ($\text{KDK}_{\text{Meh-3}}$) (Mehlich, 1984) ve Amonyum Asetat EDTA hesap yöntemi ($\text{KDK}_{\text{AAE10}}$) (Stünzi et al., 2006) yöntemleridir.

Dolaylı yöntemlerin esaslı ilgili ekstrakt çözeltileri ile ekstraksiyondan sonra Na^+ , K^+ , Ca^{+2} ve Mg^{+2} derişimlerinin ICP-OES cihazı ile uygulanan yöntemlere özgü farklı elementlerin tayini yapılmıştır (Bkz. Çizelge 3.3.).

Çizelge 3.3. KDK analizlerinde ICP-OES cihazı ile tayini yapılan elementler

Ekstraksiyon/Yöntem	Belirlenen Elementler
KDK _{NH4-c}	Na, K, Ca, Mg
KDK _{Na}	Na
KDK _{Ba-1}	Na, K, Ca, Mg
KDK _{Ba-2}	Ba
KDK _{NH4OAc}	Na, K, Ca, Mg
KDK _{Morgan}	Na, K, Ca, Mg
KDK _{Meh-3}	Na, K, Ca, Mg
KDK _{AAE10}	Na, K, Ca, Mg

3.2.2.6. Alınabilir Besin Elementlerinin Analizi:

Alınabilir besin elementlerinin belirlenmesi 2 aşamada (ekstraksiyon ve tayin) gerçekleştirilmiştir.

3.2.2.6.1. Alınabilir Fosfor (P): Alınabilir P analizlerinde Bingham (Bingham, 1949), Olsen (Olsen et al., 1954), AB-DTPA (Soltanpour and Schwab, 1977), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), Modifiye Morgan (Wolf and Beegle, 1995), Çifte Laktat (Double Laktat) (Hoffmann, 1991), Kalsiyum Laktat (Ca Laktat) (Schüller, 1969), ve AAE10 yöntemi (Stünzi et al., 2006) olmak üzere 8 farklı ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Tayinler, spektrofotometrik ($P_{\text{Spek-MM}}$ -molibdofosforik asit mavi renk metodu) (Wolf and Beegle, 1995) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982) yöntemleri ile yapılmıştır.

3.2.2.6.2. Alınabilir Potasyum (K): Ekstraksiyonda AB-DTPA (Soltanpour and Schwab, 1977), Modifiye Morgan (Wolf and Beegle, 1995), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), Çifte Laktat (Double Laktat) (Hoffmann, 1991), Kalsiyum Laktat (Ca Laktat) (Schüller, 1969), ve AAE10 (Stünzi et al., 2006) AAE10 (Stünzi et al., 2006) ve Amonyum Asetat (Brown and Warncke, 1988) yöntemi olmak üzere 7 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler Alev fotometresi (Mehlich, 1978) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.3. Alınabilir Kalsiyum (Ca): Modifiye Morgan (Wolf and Beegle, 1995), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), AAE10 (Stünzi et al., 2006) ve Amonyum Asetat (Black et al., 1965) yöntemi olmak üzere 4 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler Alev fotometresi (Mehlich, 1978) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.4. Alınabilir Magnezyum (Mg): Modifiye Morgan (Wolf and Beegle, 1995), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), AAE10 (Stünzi et al., 2006) ve Amonyum Asetat (Black et al., 1965) yöntemi olmak üzere 4 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler Alevli-AAS (Mehlich, 1978) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.5. Alınabilir Sodyum (Na): AB-DTPA (Soltanpour and Schwab, 1977), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), Modifiye Morgan (Wolf and Beegle, 1995), AAE10 (Stünzi et al., 2006) ve Amonyum Asetat (Black et al., 1965) yöntemi olmak üzere 5 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler Alev fotometresi (Mehlich, 1978) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.6. Alınabilir Kükürt (SO_4-S): Amonyum Asetat (Ensminger, 1954), KH_2PO_4 (500 ppm P) (Fox et al., 1964) ve Sodyum Klorür (Williams and Steinbergs, 1959) yöntemi olmak üzere 3 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler türbidimetrik (Kacar, 2009) ve ICP-OES (Combs et al., 1998) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.7. Alınabilir Fe, Cu, Zn, Mn: AB-DTPA (Soltanpour and Schwab, 1977), Mehlich-3 (Mehlich, 1984), AAE10 (Stünzi et al., 2006), DTPA (Lindsay and Norvell, 1969), HCl (Nelson et al., 1959) yöntemi olmak üzere 5 yöntem kullanılmıştır. Ölçümler Alevli-AAS (Soltanpour et al., 1979; Carter and Gregorich, 2006) ve ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982; Carter and Gregorich, 2006) ile yapılmıştır.

3.2.2.6.8. Alınabilir Bor (B): Ekstraksiyon yöntemi olarak Sıcak Suda Çözünür Bor yöntemi (Parker and Gardner, 1981; Berger and Troug, 1944). Ölçümlerde 4 spektrofotometrik Azomethin-H (B_{AH}) (Carter and Gregorich, 2006; Horneck et al., 1989), Karmin (B_K) (Sparks et al., 1996; Kacar, 1995), Diantrimid (B_D) (Schneider et al., 1996; Herrmann and Schmitt, 1973) ve Quinalizarin (B_Q) (Berger and Troug, 1939) yöntem ile ICP-OES (Gartley et al., 2002; Soltanpour et al., 1982; Carter and Gregorich, 2006) kullanılmıştır.

Alınabilir besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılan yöntemler ve bu yöntemler ile belirlenen besin/besin elementi/elementleri Çizelge 3.4.'de belirtilmiştir.

Çizelge 3.4. Alınabilir besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılan yöntemler ve bu yöntemler ile belirlenen besin elementi/elementleri

Element	Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Adedi
P	Bingham, Olsen, AB-DTPA, Morgan, Mehlich 3, Çifte Laktat, Ca-Laktat, AAE10, NH ₄ OAc, AB-DTPA, Morgan, Mehlich 3, AAE10, Çifte Laktat, Ca-Laktat, KDK _{Ba-1} , KDK _{NH4-c}	8
K		9
Ca	NH ₄ OAc, Morgan, Mehlich 3, AAE10, KDK _{Ba-1} , KDK _{NH4-c}	6
Mg	NH ₄ OAc, Morgan, Mehlich 3, AAE10, KDK _{Ba-1} , KDK _{NH4-c}	6
Na	NH ₄ OAc, AB-DTPA, Morgan, Mehlich 3, AAE10, KDK _{Ba-1} , KDK _{NH4-c}	7
Fe	DTPA, AB-DTPA, AAE10, Mehlich 3, HCl	5
Cu	DTPA, AB-DTPA, AAE10, Mehlich 3, HCl	5
Zn	DTPA, AB-DTPA, AAE10, Mehlich 3, HCl	5
Mn	DTPA, AB-DTPA, AAE10, Mehlich 3, HCl	5
B	Sıcak Su Ekstraksiyon Yöntemi (B)	1
S	NH ₄ OAc, KH ₂ PO ₄ (500 ppm P), NaCl	3

Alınabilir besin elementlerinin ekstraksiyonunda kullanılan yöntemler ve literatürleri Çizelge 3.5.'de belirtilmiştir.

Çizelge 3.5. Alınabilir Besin Elementlerinin Ekstraksiyonunda Kullanılan Yöntemler

Eks. Yöntemi	Ekstraktant	w:v	Çal. Sür. (dk)	Literatür
Bingham	H ₂ O	1:10	10	Bingham, 1949; Murphy and Riley, 1962
Olsen	0,5 M NaHCO ₃ (pH=8,50)	1:20	30	Olsen et al., 1954; Murphy and Riley, 1962
AB-DTPA	1 M NH ₄ HCO ₃ + 0,005 M DTPA (pH=7,60)	1:2	15	Soltanpour and Schwab, 1977; Sparks et al., 1996
Morgan (Modifiye)	0,62 N NH ₄ OH + 1,25 N CH ₃ COOH (pH=4,80)	1:5	15	McIntosh, 1969; Wolf and Beegle, 1995
Mehlich 3	0,25 N NH ₄ NO ₃ + 0,20 N CH ₃ COOH + 0,015 N NH ₄ F + 0,013 N HNO ₃ + 0,001 M EDTA (pH=2,50)	1:10	5	Mehlich, 1984; Wolf and Beegle, 1995
Çifte Laktat	0,2 M C ₆ H ₁₀ CaO ₆ .5H ₂ O (pH=3,60)	1:25	90	Hoffmann, 1991
Ca-Laktat	0,05 M C ₆ H ₁₀ CaO ₆ .5H ₂ O + 0,05 M CH ₃ COO)Ca.H ₂ O + 0,3 M CH ₃ COOH (pH=4,10)	1:10	90	Schüller, 1969; Hoffmann, 1991
AAE10	0,5 M NH ₄ OAc + 0,02 M EDTA (pH=4,65)	1:10	60	Stünzi, 2006
NH ₄ OAc	1 N NH ₄ OAc (pH=7,00)	1:10	30	Helmke and Sparks, 1996
DTPA	0,005 M DTPA + 0,01 M CaCl ₂ + 0,1 M (HOCH ₂ CH ₂) ₃ N (pH=7,30)	1:2	120	Lindsay and Norvell, 1969
HCl	0,1 N HCl	1:10	5	Nelson et al., 1959
Sıcak Ekstraksiyon Yöntemi (B)	Su H ₂ O (Sıcak Kaynatma)	1:2	-	Dible et al., 1954; Reisenauer et al., 1973; Berger and Truog, 1944
NH ₄ OAc (S)	1 N NH ₄ OAc (pH=7,00)	1:10	30	Ensminger, 1954
KH ₂ PO ₄ (500 ppm P) (S)	KH ₂ PO ₄ (500 ppm P)	1:2	60	Fox et al., 1964; Cihacek et al., 2015; Kacar, 2009
NaCl (S)	%0,1 NaCl	1:5	30	Williams and Steinbergs, 1959

3.3. Bitki Analizleri

3.3.1. Bitki Örneklerinin Alınması ve Analize Hazırlanması

Yaprak örnekleri bağlarda tam çiçeklenme döneminde (27.05.2003-30.05.2003), omcaların alttan itibaren 1. salkımının karşısındaki tüm yapraklar (aya+ sap) şeklinde alınmıştır (Atalay,1977) (Bkz. Resim 3.4.). Bu çerçevede, her bağdan dört farklı yöneyde olmak üzere toplamda yaklaşık 100 adet yaprak örneği alınmış ve buz çantalarında laboratuvara taşınmıştır. Çeşme suyu ve saf su ile ön temizlikleri yapılan yaprak örnekleri, aya ve sap şeklinde ayrılarak 65-70 °C’de etüvde kurutulmuştur. Kuruyan örnekler öğütülerek analize hazır hale getirilmiştir. (Schaller, 1988).



Resim 3.4. Yaprak örneklerinin alınması (Mayıs-2003)

3.3.2. Bitki Analizlerinde Kullanılan Yöntemler

Bitki analizleri Toplam N ve diğer besin elementleri olmak üzere 2 alt başlık şeklinde incelenmiştir.

3.3.2.1. Toplam N:

Yaprak örneklerinin (aya ve sap) toplam N analizlerinde 3 farklı yöntem kullanılmıştır. Bunlar; Kjeldahl Yöntemi (N_{kj}); Kacar, (2009) tarafından bildirilen esaslara göre yapılmıştır. Modifiye Kjeldahl Yöntemi (N_{se}): Örnekler $H_2SO_4 + H_2O_2 + Li_2SO_4 + Se$ karışımı ile buzundurulduktan sonra elde edilen çözeltide N mikro Kjeldahl yöntemi ile belirlenmiştir (Schaller, 1988). Bu yöntem N dışında diğer

makro ve mikro bitki besin elementlerinin de belirlenmesinde kullanılmıştır (P, K, Ca, Mg, Na, Fe, Cu, Zn, Mn ve B). Dumas Yöntemi (N_{dumas}) (CNS cihazı) (Simonne et al., 1994; Jimenez and Lambda, 1983) analizörü ile yapılmıştır.

3.2.2. Diğer Makro (P, K, Ca, Mg, S, Na) ve Mikro (Fe, Zn, Mn, Cu ve B) Analizleri:

Yaprak aya ve sap örneklerinde makro ve mikro besin elementlerinin belirlenmesi 2 aşamada (bozundurma /ekstraksiyon ve ölçüm) gerçekleştirilmiştir.

3.3.2.2.1. Bozundurma: Bitki örneklerinin bozundurulmasında 6 farklı yaş ve kuru bozundurma yöntemleri kullanılmıştır.

Yaş bozundurma yöntemleri:

Açıkta Yaş Yakma 1 ($AYY(< 180^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$): Bu yöntemde örnekler çifte asit karışımı ($HNO_3 + HClO_4$; 4:1) ile ısıtıcı tabla üzerinde ve çeker ocak altında $180^{\circ}C$ sıcaklığı geçmeyecek şekilde ortalama 240 dk sürede yakılmış ve ardından sıcak su ile ekstrakte edilmiştir (Novozamsky et al., 1983; Oliva et al., 2003).

Açıkta Yaş Yakma 2 ($AYY(> 180^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$): Yöntemde örnekler konsantre $HNO_3 + HClO_4$ karışımı ile açıkta sıcaklığın $240^{\circ}C$ 'ye kadar çıkmasına izin verilerek bozundurulmuş ve ardından ekstrakte edilmiştir (Schaller, 1988; Smith, 1979).

Modifiye Kjeldahl yöntemi ile açıkta yaş yakma (AYY_{Se}): Bitki örnekleri $H_2SO_4 + H_2O_2 + Li_2SO_4 + Se$ karışımı ile açıkta ve çeker ocak altında ortalama 240 dk'lık süre içerisinde bozundurulmuştur.

Kapalı Yaş Yakma (MD_{HNO_3}): Örnekler mikro dalga sisteminde konsantre HNO_3 kullanılarak ortalama 40 dakikada bozundurulduktan sonra süzülerek analize hazır hale getirilmiştir (Nobrega et al., 2007; Topper and Kotuby-Amacher, 1990).

Kuru Bozundurma/Yakma Yöntemleri:

Kuru Yakma 1 (KY_{600}): Örnekler kül fırınında $600^{\circ}C$ de ortalama 5 saat yakılarak kül haline getirilmiş ve ardından seyreltik HNO_3 (1:10) ile ekstrakte edilmiştir (Martin-Prevel et al., 1987; Azcue and Mudroch, 1994).

Kuru Yakma 2 (KY₉₀₀): Örnekler kül fırınında 900 °C’ de ortalama 5 saat yakılarak kül haline getirilmiş ve ardından seyreltik HNO₃ (1:10) ile ekstrakte edilmiştir (Kacar ve İnal, 2008; Jackson, 1958).

Ekstraksiyon Yöntemleri:

Yaprak aya örneklerinde su (Eks_{H₂O}); %2’lik CH₃COOH (Eks_{HOAc}) ve 1 M HCl (Eks_{HCl}) olmak üzere 3 farklı yöntem ile ekstraksiyon yapılmıştır. Her 3 ekstraksiyon yönteminde de örnek:çözelti oranı 1:30 (w:v) olup, örnekler ardışık 3 kez 1 saat süreyle su banyosunda ısıtıldıktan sonra santrifüj edilerek üst faz toplanmış ve bu toplanan ekstrakta nicel element belirlemeleri gerçekleştirilmiştir (Schaller, 1988). Bitki örneklerinin (yaprak ayası) ekstraksiyonlarında kullanılan yöntemler Çizelge 3.5.’da belirtilmiştir.

Çizelge 3.6. Bitki örneklerinin (yaprak ayası) ekstraksiyonun da kullanılan yöntemler

Bitki Örneği	Yöntem Adı	Ekstraksiyon Çözeltisi	Belirlenen Elementler
Aya	Eks _{H₂O}	H ₂ O	K, P, Ca, Mg (4)
	Eks _{HOAc}	%2’lik CH ₃ COOH	K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn (8)
	Eks _{HCl}	1 M HCl	K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn (8)

3.3.2.2.2. Ölçüm:

Fosfor (P): 4 yaş ve 2 kuru yakma ve 3 ekstraksiyon yöntemi olmak üzere toplam 9 bozundurma yöntemi ile hazırlanan ekstraktlarda nicel P belirlemelerinde 2 spektrofotometrik (molibdofosforik asit mavi renk (Knudsen and Beegle, 1988) ve vanadomolibdofosforik asit sarı renk (Barton, 1948) ve ICP-OES (Havlin and Soltanpour, 1980; Spiers et al., 1983) ile ölçümler yapılmıştır.

Potasyum (K), Kalsiyum (Ca), Magnezyum (Mg) ve Sodyum (Na): Yaş ve kuru ve ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak hazırlanan çözeltilerde 3 farklı enstrümantal analiz yöntemi ile ölçümler yapılmıştır. Bu çerçevede Alev fotometresi (K, Ca ve Na) ve Alevli-AAS (Mg, Fe, Cu, Zn, Mn) ICP-OES (K, Ca, Mg ve Na) ölçümlerinde kullanılmıştır (Mehlich, 1978; Havlin and Soltanpour, 1980; Kacar ve İnal, 2008).

Demir (Fe), Çinko (Zn), Mangan (Mn) ve Bakır (Cu): Ölçümler Alevli-AAS ve ICP-OES ile yapılmıştır (Mehlich, 1978; Havlin and Soltanpour, 1980; Kacar ve İnal, 2008).

Bor (B): Yaş (YYY_{HNO_3Cl} , YYY_{Se} , MDN_{HO_3}) ve kuru bozundurma (KY_{600} ve KY_{900}) ile hazırlanan ekstraktlarda 4 spektroskopik (Azomethin-H (Banuelos et al., 1992); Quinalizarin (Garcia et al., 1985), Karmin (Bingham, 1982) ve Dianthrimid (Codell and Norwitz, 1953) ve ICP-OES (Sah, 1997) olmak üzere toplam 5 nicel ölçüm yöntemi kullanılmıştır (Çizelge 3.7.).

Çizelge 3.7. Bitki örneklerinin B içeriklerinin belirlenmesinde kullanılan nicel metotlar

Bozundurma Yöntemleri	Nicel Belirleme Metotları	Metot
YYY_{HNO_3Cl} YYY_{Se} MDN_{HO_3} KY_{600} KY_{900}	B_{ICP}	Emisyon Spektroskopisi
	B_{AH}	Azomethin-H / Spektrofotometre (420 nm; Abs.)
	B_K	Karmin / Spektrofotometre (595 nm; Abs.)
	B_D	Dianthrimid / Spektrofotometre (615 nm; Abs.)
	B_Q	Quinalizarin / Spektrofotometre (620 nm; Abs.)

Kükürt (S): Yaş yakma ($YYY(> 180^\circ C)_{HNO_3Cl}$, $YYY(< 180^\circ C)_{HNO_3Cl}$ ve MD_{HNO_3}) yöntemleri kullanılarak hazırlanan ekstraktlarda Türbidimetrik yöntem (Kacar ve İnal, 2008) ve ICP-OES (Novozamsky et al., 1986) ile belirlenmiştir.

3.4. Analizlerde Kalite Kontrolü (QC):

Kalite kontrolü (QC) için, toprak analizlerinde 5 adet referans toprak materyali (AgroMATTM / Ag-1; AgroMATTM / Ag-2; RTC-CLMSD2, RTC-CLNLOAM6; IRMM-443-2 / EUROSIL2; IRMM-443-3 / EUROSIL4 CRM) bitki analizlerinde de 5 adet referans bitki materyali (LGC 7162, NIST-1515, NIST-1547 ve NIST-1573a CRM) kullanılmıştır. Bu referans materyallerin dışında çalışmada kullanılan 68 adet toprak örneği ağırlık esasına göre eşit miktarda karıştırılmış ve elde edilen karışım laboratuvar içi kalite kontrol örneği olarak kullanılmıştır (CITAC / EURACHEM GUIDE, 2002).

3.5. Analiz Maliyetlerinin Hesaplanması

Araştırmada her bir parametre: Ön hazırlık (örnek hazırlama, ekstraksiyon, bozundurma vb.) ve ölçüm için ayrı ayrı maliyet hesapları yapılmıştır. Araştırmada ortalama toplam analiz maliyetlerinin (TAM-TL / 10 örnek) belirlenmesinde aşağıdaki kriterler/parametreler dikkate alınmıştır.

Ortalama aktif analiz süresi (AaS-dak / 10 örnek)

Ortalama işçilik maliyeti (İM-TL / 10 örnek)

Ortalama kimyasal malzeme maliyeti (KMM-TL / 10 örnek)

Ortalama toplam amortisman maliyeti (AM-TL / 10 örnek)

Ortalama enerji maliyeti (EM-TL / 10 örnek)

Ortalama Aktif Analiz Süresi (AaS): Bu parametre her bir yöntem/parametre için 3 laboratuvar personelinin 10 örnek için aktif olarak harcadığı ortalama süreler belirlenmiştir. AaS yalnızca aktif olarak harcanan zamanı (süre) göstermektedir. Analizin başlama ve bitişi arasındaki süreyi göstermemektedir. AaS süresinin belirlenmesinde örnek tartımları, yöntem ve metotların uygulanmasındaki işlemlere (cihazlara yerleştirme-alma işlemleri, süzme, titrasyon işlemleri, analitik cihazlarla okuma ve sonuçların alınması gibi aktif olarak gerçekleştirilen eylemler) ait süreler belirlenmiştir. Bunun dışında kalan pasif süreler (çalkalama, bekleme, kurutma, santrifüj vb.) hesaplamaaya dahil edilmemiştir. Ortalama sürelerin belirlenmesinde standart kronometre kullanılmıştır. Veriler Excel programı ile değerlendirilmiştir.

İşçilik Maliyeti (İM): AaS'ne bağlı olarak personel tarafından bir parametre için harcanan ortalama sürenin karşılığı olan ücret şeklinde hesaplanmıştır. Bunun çerçevede personel ücreti için; Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı İl Müdürlüklerinin 2016-2017 mali yılı için 9/1 kadro derecesindeki lisans mezunu Ziraat Mühendisleri için bildirdiği aylık ücret;

$$4934,40 \text{ TL/ay} / 4 \text{ Hafta} \Rightarrow 1233,60 \text{ TL/hafta},$$

$$1233,60 \text{ TL/hafta} / 5 \text{ iş günü} = 246,72 \text{ TL/gün},$$

$$246,72 \text{ TL/gün} / 8 \text{ sa} = 30,84 \text{ TL/sa}$$

$30,84 \text{ TL/sa} / 60 \text{ dak} = 0,514 \text{ TL/dk}$ dikkate alınarak hesaplanmıştır. Elde edilen çarpan (0.514 TL/dak) AaS değeri ile çarpılmak suretiyle işçilik maliyeti hesaplanmıştır.

Kimyasal Madde Maliyeti (KMM): Bir yöntemin uygulanışının tüm aşamaları (ekstraksiyon, bozundurma, titrasyon, ölçüm vb.) için kullanılan kimyasal maddelerin 10 örnek için gerekli olan miktarı ve bunun karşılığı olan maliyettir. Bu çerçevede kimyasal madde satışı yapan 3 firmadan 2017 yılı için alınan fiyat tekliflerinin ortalaması dikkate alınmıştır. Maliyetler Excel 14.0 ve 16.0 yazılımı kullanılarak hesaplanmıştır. Nicel belirlemelere (ölçüm) için kullanılan Analitik cihazlar (ICP-OES, AAS, Alev Fotometresi, Dumas) için kullanılan gazlar için de 3 farklı firmadan alınan fiyat tekliflerinin ortalamasından 10 örnek için ortalama gaz maliyet hesaplanmış ve bu da kimyasal madde maliyetine dahi edilmiştir. Analizlerde kullanılan saf su, cam tüp, filtre kâğıdı, referans materyal, elementlere ait stok çözelti veya standart seri gibi girdiler maliyetlere dahil edilmemiştir.

Amortisman maliyeti (AM): Araştırmada, amortisman hesabında doğru hat yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntem gereği; demirbaşın satın alma bedelinden hurda değeri çıkarılmakta ve kalan değer ekonomik ömre bölünmektedir. Bu şekilde yöntem her yıl eşit miktarda amortisman ayrılmasına olanak sağlamaktadır (Aras, 1988). Buna göre:

$$A \text{ (TL / yıl)} = \text{Cihazın Maliyeti (TL)} - \text{Hurda Değeri (TL)} / \text{Ekonomik Ömrü (10 yıl)}$$

$$A \text{ (TL / yıl)} / 365 \text{ gün} = A \text{ (TL / gün)}$$

$$A \text{ (TL/ gün)} / 24 \text{ sa} = A \text{ (TL / sa)}$$

$A (TL / sa) / 60 dk = A (TL / dk)$ formülleri kullanılarak ortalama amortisman değerleri belirlenmiştir. Yöntemler için kullanılan analitik laboratuvar cihazlarının, 10 örnek için ortalama kullanım süreleri de dikkate alınarak, bu süreler amortisman değerleri ile çarpılarak her cihaz için amortisman maliyeti ve bir yöntemde kullanılan cihazların amortisman maliyetlerinin toplamından da amortisman maliyeti bulunmuştur.

Enerji maliyeti (EM): Tüketilen Güç Miktarı $P(W)$ X Elektrik birim fiyatı X 10 örneğin analizinde kullanılan süre ile hesaplanmıştır. 2016-2017 yılları ticari işletmeler için 1 kW/h'lik enerji tüketimi bedeli olarak bildirilen (0,4151 TL/kW/h) meblağ (Gediz Elektrik) dikkate alınmıştır. $P(W)$ (Tüketilen Güç Miktarı) laboratuvar cihazlarının çalıştırılması sırasında kullandıkları gerilim değeri (V) ve akım değerleri (I) çarpımı ile ($I \times V$) hesaplanmıştır. Bir analizin tüm aşamalarında kullanılan farklı cihazların EM değerler toplamından da toplam EM maliyeti hesaplanmıştır.

3.6. İstatistiki Değerlendirme

Verilerin istatistiki analizinde SPSS 18.0 paket programı kullanılmıştır. Bu paket program yardımı ile korelasyon ve regresyon hesaplamaları yapılmış; yöntemlerin karşılaştırılmasında t-eş yapma/eşli-t testi yöntemi (t-couple test) uygulanmıştır (p: 0,05 ve 0,01) (Yurtsever, 1984).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Toprakta Fiziksel Ve Kimyasal Analizler

4.1.1. pH:

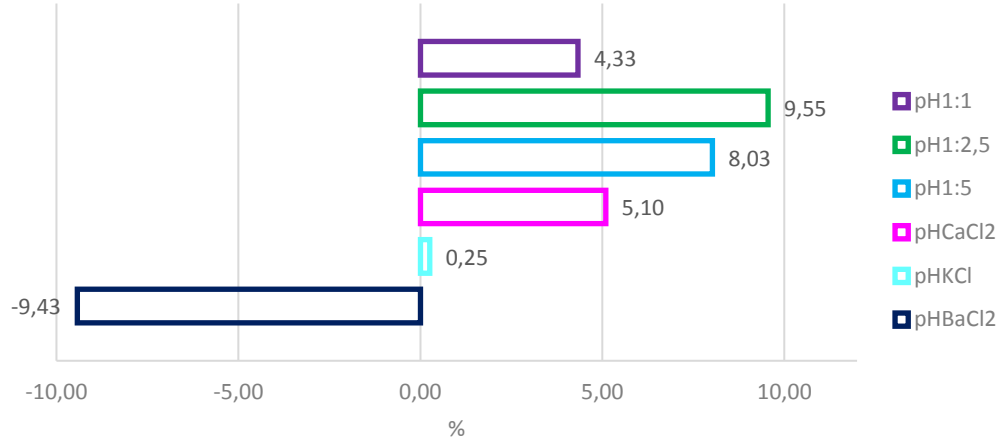
Gerçekleştirilen çalışmada toprak numunelerine 7 farklı pH analiz yöntemi uygulanmış ve elde edilen pH analiz sonuçlarına ait bulgular Çizelge 4.1. ve Ek Çizelge 1.'de verilmektedir.

Çizelge 4.1. pH analiz sonuçları

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
pH _{sat}	6,74	8,14	7,85	0,21
pH _{1:1}	7,15	8,54	8,19	0,23
pH _{1:2,5}	7,91	8,93	8,60	0,16
pH _{1:5}	7,79	8,87	8,48	0,20
pH _{CaCl2}	7,49	8,54	8,25	0,16
pH _{KCl}	6,82	8,20	7,87	0,17
pH _{BaCl2}	6,20	7,41	7,11	0,17

Farklı pH analiz yöntemlerin uygulanması sonucunda bulunan pH değerlerinin; pH_{sat} yöntemiyle 6,74-8,14, pH_{1:1} yöntemiyle 7,15-8,54, pH_{1:2,5} yöntemiyle 7,91-8,93, pH_{1:5} yöntemiyle 7,79-8,87, pH_{CaCl2} yöntemiyle 7,49-8,54, pH_{KCl} yöntemiyle 6,82-8,20 ve pH_{BaCl2} yöntemiyle ise 6,20-7,41 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama pH değerlerine göre yöntemler, pH_{BaCl2} < pH_{KCl} < pH_{sat} < pH_{1:1} < pH_{CaCl2} < pH_{1:5} < pH_{1:2,5} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre en düşük ortalama pH değeri pH_{BaCl2} yöntemiyle, en yüksek ortalama pH değeri ise pH_{1:2,5} yöntemiyle elde edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.1.).

pH_{sat} yöntemiyle elde edilen pH değerlerinin referans pH değerleri olarak kabul edildiği durumda, pH_{1:1} yöntemiyle %4,33, pH_{1:2,5} yöntemiyle %9,55, pH_{1:5} yöntemiyle %8,03, pH_{CaCl2} yöntemiyle %5,10 ve pH_{KCl} yöntemiyle %0,25 oranında daha yüksek, pH_{BaCl2} yöntemiyle ise %9,43 oranında daha düşük pH sonuçlarının elde edildiği belirlenmiştir (Bkz. Grafik 4.1.).

Grafik 4.1. pH_{sat} değerlerine göre %Δ pH

pH analiz yöntemleri arasında ilişkiler incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre yöntemler arasında önemli ilişkiler bulunmaktadır. Bu bağlamda en yüksek ilişki pH_{KCl} X pH_{BaCl2} yöntemleri arasında bulunmuştur (Çizelge 4.2.).

Çizelge 4.2. pH analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
pH _{KCl} X pH _{BaCl2}	$pH_{KCl} = 2,023 + 0,822 \cdot pH_{BaCl2}$	0,866**
pH _{1:1} X pH _{1:5}	$pH_{1:1} = -0,094 + 0,977 \cdot pH_{1:5}$	0,855**
pH _{1:5} X pH _{CaCl2}	$pH_{1:5} = -0,120 + 1,042 \cdot pH_{CaCl2}$	0,835**
pH _{sat} X pH _{BaCl2}	$pH_{sat} = 0,693 + 1,006 \cdot pH_{BaCl2}$	0,824**
pH _{sat} X pH _{KCl}	$pH_{sat} = -0,480 + 1,059 \cdot pH_{KCl}$	0,822**
pH _{1:2,5} X pH _{1:5}	$pH_{1:5} = -0,277 + 1,018 \cdot pH_{1:2,5}$	0,803**
pH _{1:1} X pH _{CaCl2}	$pH_{1:1} = -1,111 + 1,127 \cdot pH_{CaCl2}$	0,791**
pH _{1:1} X pH _{1:2,5}	$pH_{1:1} = -1,461 + 1,122 \cdot pH_{1:2,5}$	0,775**
pH _{CaCl2} X pH _{KCl}	$pH_{CaCl2} = 2,365 + 0,748 \cdot pH_{KCl}$	0,775**
pH _{sat} X pH _{1:2,5}	$pH_{sat} = -1,116 + 1,043 \cdot pH_{1:2,5}$	0,768**
pH _{sat} X pH _{1:1}	$pH_{sat} = 2,137 + 0,697 \cdot pH_{1:1}$	0,744**
pH _{sat} X pH _{CaCl2}	$pH_{sat} = -0,156 + 0,970 \cdot pH_{CaCl2}$	0,726**
pH _{1:2,5} X pH _{CaCl2}	$pH_{1:2,5} = 2,755 + 0,708 \cdot pH_{CaCl2}$	0,720**
pH _{CaCl2} X pH _{BaCl2}	$pH_{CaCl2} = 3,646 + 0,648 \cdot pH_{BaCl2}$	0,708**
pH _{1:2,5} X pH _{KCl}	$pH_{1:2,5} = 3,370 + 0,665 \cdot pH_{KCl}$	0,700**
pH _{1:1} X pH _{KCl}	$pH_{1:1} = 1,078 + 0,904 \cdot pH_{KCl}$	0,658**
pH _{1:2,5} X pH _{BaCl2}	$pH_{1:2,5} = 4,435 + 0,586 \cdot pH_{BaCl2}$	0,650**
pH _{sat} X pH _{1:5}	$pH_{sat} = 2,662 + 0,612 \cdot pH_{1:5}$	0,571**
pH _{1:1} X pH _{BaCl2}	$pH_{1:1} = 2,935 + 0,739 \cdot pH_{BaCl2}$	0,567**
pH _{1:5} X pH _{KCl}	$pH_{1:5} = 3,109 + 0,682 \cdot pH_{KCl}$	0,567**
pH _{1:5} X pH _{BaCl2}	$pH_{1:5} = 4,694 + 0,532 \cdot pH_{BaCl2}$	0,466**

Farklı pH analiz yöntemleri uygulanarak bulunan pH değerleri arasındaki farkların (pH_{sat} ve pH_{KCl} hariç) istatistiki yönden anlamlı düzeyde ($p < 0,01$) farklı olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.3.).

Çizelge 4.3. Eşli-t testi sonuçları (pH)

Yöntemler	t	p	ΔpH
$pH_{sat} - pH_{1:1}$	-17,90	0,000	-0,34**
$pH_{sat} - pH_{1:2,5}$	-45,42	0,000	-0,75**
$pH_{sat} - pH_{1:5}$	-27,23	0,000	-0,63**
$pH_{sat} - pH_{CaCl_2}$	-22,85	0,000	-0,40**
$pH_{sat} - pH_{KCl}$	-1,31	0,190	-0,02 ^{öd}
$pH_{sat} - pH_{BaCl_2}$	50,51	0,000	0,74**
$pH_{1:1} - pH_{1:2,5}$	-23,27	0,000	-0,41**
$pH_{1:1} - pH_{1:5}$	-20,17	0,000	-0,29**
$pH_{1:1} - pH_{CaCl_2}$	-3,68	0,000	-0,06**
$pH_{1:1} - pH_{KCl}$	15,53	0,000	0,32**
$pH_{1:1} - pH_{BaCl_2}$	46,30	0,000	1,08**
$pH_{1:2,5} - pH_{1:5}$	8,40	0,000	0,12**
$pH_{1:2,5} - pH_{CaCl_2}$	24,10	0,000	0,35**
$pH_{1:2,5} - pH_{KCl}$	48,32	0,000	0,73**
$pH_{1:2,5} - pH_{BaCl_2}$	88,18	0,000	1,49**
$pH_{1:5} - pH_{CaCl_2}$	16,96	0,000	0,22**
$pH_{1:5} - pH_{KCl}$	29,30	0,000	0,61**
$pH_{1:5} - pH_{BaCl_2}$	58,20	0,000	1,37**
$pH_{CaCl_2} - pH_{KCl}$	29,22	0,000	0,39**
$pH_{CaCl_2} - pH_{BaCl_2}$	73,50	0,000	1,14**
$pH_{KCl} - pH_{BaCl_2}$	70,84	0,000	0,76**

Farklı pH analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan veriler incelendiğinde toprak:su oranı miktarının değişimi ve kullanılan çözelti türü ve derişimine bağlı olarak sonuçların farklılıklar arz etmekte olduğu belirlenmiştir. Rueter et al. (1999), toprak örneklerinin pH değerlerinin belirlenmesinin belirleme sırasında ortaya çıkan toprak/su süspansiyon etkileri nedeniyle karmaşık ve zor olduğunu rapor etmişlerdir. Toprak örneklerinde gerçekleştirilen pH belirlemeleri sonucunda bulunan sonuçlar arasındaki analitik farklılıkların birçok faktöre bağlı olarak değişim gösterebildiği, söz konusu faktörlerin; toprak:su oranı, toprak çözeltisinin iyonik gücü, pH belirlemesi sırasında kullanılan elektrotun türü, elektrotun numune okuması sırasındaki örnek içerisindeki pozisyonu ve pH belirlemesi sırasında örnek süspansiyonunun karıştırılması durumuna bağlı olarak değişebildiği bildirilmektedir (Miller and Kissel, 2010; Sumner, 1994).

Almanya’da tarımsal amaca yönelik olarak kullanılan toprakların pH belirlemelerinde genellikle 0,01 M $CaCl_2$ çözeltisi yardımıyla gerçekleştirilen pH analiz yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntemin yanı sıra bazı ülkelerde de 1 M KCl ve 0,1 M KCl çözeltilerinin kullanılmakta olduğu pH analiz yöntemlerine de rastlanılmaktadır. Toprak pH değerlerinin en yüksek olarak belirlendiği topraklar arid iklim bölgelerinde bulunan alkali topraklar ile hümud bölgelerde $CaCO_3$ içeren topraklarda tespit edilmektedir. En düşük toprak pH’sı değerlerine ise turba (pH =

3,00) ve podsol (pH =2-3) toprak türlerinde rastlanıldığı rapor edilmektedir (Schachtschabel et al., 1984).

Mengel (1991), KCl veya CaCl_2 çözeltileri kullanılarak yapılan pH ölçümlerinin gerçek tarla koşullarındaki pH değerlerine karşılık gelemeyeceğini dolayısıyla söz konusu yöntemlerle belirlenen pH gerçek değerlerden yarım ila bir değer olmak üzere gerçekte daha yüksek olduğunu bildirmektedir. Bunun nedeni olarak KCl veya CaCl_2 çözeltilerinin kullanılması ile uygulanan pH tayin yöntemlerinin uygulanması sırasında toprak bünyesinde bulunan ve adsorbe halinde tutulmuş olan H^+ iyonlarının kullanılan çözeltilerin iyonik gücünün yüksek olması nedeniyle çözeltiliye geçen H^+ iyonlarının etkinliğinin azalmasından kaynaklanabileceğini bildirmektedir.

Toprak içerisinde bulunan H^+ iyonlarının bir bölümü çözünmüş halde toprak çözeltilisi içerisinde bir bölümü de adsorbe edilmiş halde iyon değiştirme özelliğine sahip organik ve inorganik maddelerin yüzeylerinde adsorbe edilmiş halde bulunmaktadır. Toprak çözeltilisi içerisinde bulunan H^+ iyonlarının konsantrasyonuna bağlı olarak oluşan toprak pH'sı değerine aktüel asitlik, adsorbe edilmiş ve çözünmüş haldeki H^+ iyonlarının toplamına da potansiyel asitlik adı verilmektedir. Toprak örneklerinin aktüel asitliği standart pH analiz yöntemleri ile belirlenmektedir. Potansiyel asitlik ise bazların kullanıldığı titrimetrik pH belirleme yöntemleri ile gerçekleştirilmektedir. Toprakların aktüel asitliği ile potansiyel asitlik değerleri arasında toprak özelliklerine bağlı olarak farklılıklar oluşabilmektedir (Mengel, 1991).

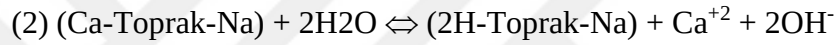
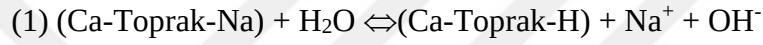
Csillag (1987), toprak örneklerinde belirlenmekte olan proton aktivitesinin (pH) diğer iyonlara nazaran daha problemli olduğunu ve gerçeği yansıtmayan sonuçların elde edilebileceğini bildirmektedir. Toprak pH belirlemeleri sırasında üç fazlı bir sistemin arasındaki dengenin oluşması pH belirlemelerini etkilemektedir. Burada pH belirlemesi sırasında kullanılan çözeltilerin toprak örneği ile karışımı ve sonrasında gerçekleştirilmekte olan pH belirlemeleri sırasında söz konusu fazlar arasında etkileşimler oluşabilmektedir. Toprak örneklerinin pH belirlemeleri sırasında gerçekleşen bu olumsuz etkinin pH analizi sırasında daha çok kullanılan toprak örneğinin analize hazırlanması sonrasında düşük tamponlama kapasitesi göstermesi ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir (Csillag, 1987). Toprak örneklerinin pH belirlemeleri için kullanılan yöntemlerin tamamında (pH_{sat} yöntemi hariç) belirli oranlarda H_2O ve elektrolit çözeltileri ile gerçekleştirilen yöntemler sonrasında toprak örneklerinin katı fazı üzerinde oluşan üsteki sıvı fazında pH

belirlemeleri gerçekleştirilmektedir. Bu nedenle pH belirlemelerinde toprak örneğinin bizzatı içinde bulunduğu durumdan ziyade üst sıvı fazda gerçekleştirilen belirlemeler sırasında etkili olan diğer dışsal etmenler daha fazla etkin olmaktadır. Burada en önemli etkenin toprak örneği ile sıvı miktarının oranının yanı sıra toprak örneğinin iyon içeriği ve ölçümün gerçekleştirildiği sıvı fazın iyon içeriği ile birlikte CO₂'nin kısmi basıncının etkili olmaktadır. pH değerinin 7'nin altında olduğu toprak örneklerinde CO₂'in kısmi basıncından kaynaklanan etki pH belirlemelerinde ihmal edilebilir düzeylerde kalmaktadır (Fotyma et al., 1998). Toprakta pH belirlemeleri üzerinde en etkin faktörlerin toprak çözeltisi bileşimi ile toprak, sıvı oranının olduğu ve asidik topraklarda çözelti ile seyreltme oranının artışına bağlı olarak pH değerlerinin yükselmekte olduğu bunun alkalın reaksiyonlu topraklarda da çok seyreltik yöntemler kullanılmadığı sürece aynı şekilde etki ettiği tespit edilmiştir (Davis, 1943).

pH belirlemeleri amacıyla hazırlanmış olan bir toprak süspansiyonunun pH değeri katı faz ile çözelti fazı arasında oluşan dengenin sonucunda oluşan H⁺ iyonu aktivitesinin bir sonucudur. Söz konusu H⁺ iyonu aktivitesi toprağın mineral içeriği, organik madde (humin maddelerin ve humik asidin karboksil ve hidroksil grupları), toprak alkali ve alkali elementlerin miktarı yanında toprağın tuz içeriği tarafından etkilenmektedir. pH analizleri sırasında H₂O yerine bir elektrolit çözeltisi kullanılması suretiyle gerçekleştirilen pH belirleme yöntemlerinin uygulanması sonucunda minerallerin yüzeylerin ile birlikte humin madde ve humik asitlerin yüzeylerinde adsorbe halde bulunan katyonlar ilave edilen elektrolit çözeltisinin içeriğindeki katyonlar ile yer değiştirmektedir. Al, Fe ve Mn bu süreçte çözeltiye geçtiklerinde ortama proton verdiklerinden asidik bir etkiye neden olmaktadır. Protonların serbest kalması sonucunda toprağın pH değerinde bir düşüş gerçekleşmektedir. H₂O'nun kullanıldığı pH belirleme yöntemleri ile elde edilen pH değerleri ile elektrolit çözeltilerinin kullanıldığı pH yöntemleri sonucunda yöntemler arasında oluşan pH değerindeki farkın toprağın değişim yüzeylerinde asidik etkiye sahip katyonlar ile hangi oranda dolu olması yanında bunların toprağın hangi ölçüde asitleşmesi üzerinde etkili olduklarına dair bir bilginin oluşmasına yardımcı olduğu bildirilmektedir (König et al., 2009). Farklı derişimlerdeki elektrolit çözeltilerinin kullanılması ile uygulanan pH_{CaCl2}, pH_{KCl} ve pH_{BaCl2} yöntemleri ile bulunan pH değerleri incelendiğinde; pH_{KCl} yöntemi ile bulunan değerlerin H₂O'nun kullanıldığı yöntemlerden pH_{sat} yöntemine yakın, pH_{1:1}, pH_{1:2,5} ve pH_{1:5} yönteminden düşük bulunduğu, pH_{BaCl2} yöntemi ile elde edilen değerlerin ise bulunan tüm pH sonuçları arasında en düşük seviyede bulunduğu bu nedenle

yukarıda ifade edilen mekanizmalar çerçevesinde söz konusu yöntemler ile bulunan daha düşük pH değerlerinin açıklanabildiği düşünülmektedir.

Elektrolit çözeltileri kullanılarak gerçekleştirilen çalışmalar incelendiğinde; pH_{CaCl_2} yöntemiyle elde edilen pH değerlerinin $pH_{1:1}$ değerlerine göre düşük ve pH_{KCl} değerlerine kıyasla ise eşit veya bir miktar yüksek bulunduğu bildirilmektedir (Capka, 2008; Fotyma et al., 1998; Gavriloaiei, 2012). Gerçekleştirilen çalışmada ise pH_{CaCl_2} yöntemi ile bulunan pH değerlerinin $pH_{1:1}$, pH_{KCl} yöntemleri uygulanarak bulunan pH değerlerinden yüksek olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.1). Toprak pH değeri tuzluluk, $CaCO_3$ ve Ca^{+2} iyonlarının heterojen olarak etkin olduğu farklı ilişkiler içerisinde bulunmaktadır. $CaCO_3$ içeren bir toprakta denklem (1), (2) ve (3)'de verilen kimyasal olaylar gerçekleşebilmektedir.



Yapılarında $CaCO_3$ içeren ve Ca^{+2} iyonu bakımından değişebilir kompleksleri doygun halde bulunan topraklarda ortama Ca^{+2} iyonlarının derişimini arttıracak yönde etki edildiğinde $CaCO_3$ denklem (4)'teki reaksiyona göre bozunmaktadır.



Nispeten yüksek pH değerlerine sahip bir toprakta toprak çözelti ortamına Ca^{+2} iyonunun gelmesi denklem (4) verilen reaksiyonun sağdan sola doğru gerçekleşmesine neden olmaktadır. Ortama geçen H^+ iyonu denklem (1)'de verilen hidroliz reaksiyon çerçevesinde OH^- iyonunu nötralize etmektedir. Na^+ 'nın denklem (2)'de verilen eşitlik çerçevesinde kalsiyum ile yer değişimi sonrasında oluşan OH^- iyonları ortamın pH'sının artmasına neden olmaktadır. Çalışmada kullanılan toprak örneklerinin $\%CaCO_3$ içerikleri ortalama $\%4,98$ seviyesinde bulunmaktadır. Bu nedenle yukarıda açıklanan sebeplerden ötürü pH_{CaCl_2} yöntemiyle elde edilen pH değerlerinin bildirilen değerlerden yüksek çıktığı düşünülmektedir. Al-Busaidi and Cookson (2003), tuzluluk problemi olmayan alanlarda $pH(H_2O)_{1:1}$ yöntemi ile ortalama 8,61 (8,39-8,93), $pH(CaCl_2)_{1:1}$ yöntemi ile ortalama 8,01 (7,75-8,13) ve $pH(KCl)_{1:1}$ yöntemiyle ise ortalama 7,93 (7,72-8,40) pH değerleri tespit etmişlerdir.

Söz konusu çalışmayla elde edilen değerler ile bulunan sonuçlar arasında paralellik olduğu görülmektedir. Bu nedenle pH_{CaCl_2} yöntemiyle bulunan pH değerlerinin $pH_{1:1}$ ve pH_{KCl} değerlerinden yüksek bulunmasının yukarıda verilen nedenlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmada farklı pH yöntemlerinin aynı topraklara uygulanması sonucunda bulunan pH değerleri arasındaki ilişkilerin König et al. (2009), Schachtschabel (1971), Schofield and Taylor (1955), Miller ve Kissel (2010) ve Nilsson et al. (1995) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan ilişkiler ile benzerlikler gösterdiği, bulunan pH değerlerinin ise Atalay (1982), Kılınç (1978), Çolakoğlu (1978) ve Kahveci ve Atalay (2010) tarafından bildirilen pH değerleri ile paralellik içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmada kullanılan 7 farklı pH analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.4.).

Çizelge 4.4. pH analiz yöntemlerinin maliyetleri (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
pH_{sat}	120	61,56	0,00	0,016	0,004	61,58
$pH_{1:1}$	25	12,83	0,00	0,008	0,002	12,84
$pH_{1:2,5}$	25	12,83	0,00	0,008	0,002	12,84
$pH_{1:5}$	25	12,83	0,00	0,008	0,002	12,84
pH_{CaCl_2}	25	12,83	0,03	0,008	0,002	12,87
pH_{KCl}	25	12,83	0,08	0,008	0,002	12,92
pH_{BaCl_2}	25	12,83	7,02	0,008	0,002	19,86

10 adet toprak numunesinde farklı pH analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları; pH_{sat} yöntemi için 61,58 TL, $pH_{1:1}$ - $pH_{1:2,5}$ - $pH_{1:5}$ yöntemleri için 12,84 TL, pH_{CaCl_2} yöntemi için 12,87 TL, pH_{KCl} yöntemi için 12,92 TL ve pH_{BaCl_2} yöntemi için ise 19,86 TL düzeyinde meydana geldiği izlenebilmektedir. Bulunan TAM miktarları bakımından yöntemlerin $pH_{1:1} = pH_{1:2,5} = pH_{1:5} < pH_{CaCl_2} < pH_{KCl} < pH_{BaCl_2} < pH_{sat}$ olarak sıralandıkları tespit edilmiştir (Çizelge 4.4.).

pH_{sat} yöntemiyle pH'sı belirlenen numunelerde numunelerin satüre hale getirilmesi için diğer yöntemlere kıyasla daha uzun sürenin gerektiği belirlenmiştir (Çizelge 4.4.). Bu süre pH_{sat} yönteminin ortalama aktif analiz süresi içerisine dahil edilmiş olup ortalama 70 dk/10 örnek'tir. Diğer pH analiz yöntemlerinde numunenin analize hazırlanması için herhangi bir süreye ihtiyaç bulunmamaktadır.

pH_{1:1}, pH_{1:2,5}, pH_{1:5}, pH_{CaCl2}, pH_{KCl} ve pH_{BaCl2} yöntemleri pH_{sat} yöntemiyle numunenin analize hazırlanması bakımından karşılaştırıldığında pH_{sat} yönteminin uygulanmasında ortalama 70 dakika daha fazla süreye gereksinim olduğu belirlenmiştir. Bunun nedeni diğer pH yöntemlerine göre pH_{sat} yönteminde toprağın analiz yöntemine uygun olarak toprak örneğinin satürasyon çamuru haline getirilmesinin çok daha zor, uğraştırıcı dolayısıyla daha fazla zaman harcanan bir işlem olmasından kaynaklanmaktadır. pH_{sat} yönteminde satürasyon çamurunda pH metre cihazı ile pH değerlerinin okunabilmesi diğer pH yöntemlerine nazaran daha uzun sürede gerçekleştirilebilmektedir⁴. Söz konusu yöntemler arasında oluşan süre farkının ortalama 25 dakika olarak tespit edilmiştir. pH_{sat} yöntemiyle satüre hale getirilmiş olan numunelerde pH değerinin belirlenmesi sırasında satüre haldeki toprak su karışımı pH metre elektrotu ile değinim haline getirilerek pH değeri ölçümleri gerçekleştirilmektedir. Satüre hale getirilmiş olan toprak numunesi içerisinde bulunan toprak çözeltisinin pH elektrotu ile dengeye gelmesi ve bu sayede sabit bir cihaz okumasının elde edilmesi için diğer yöntemlere kıyasla daha uzun süreye ihtiyaç olduğu belirlenmiştir. Bunun nedeninin uygulanan pH_{sat} yönteminde hazırlanan toprak satürasyon çamuru içerisindeki toprak:su çözeltisi oranının diğer pH analiz yöntemlerine nazaran daha fazla olması dolayısıyla pH metre cihazı numune okuma süresinin cam elektrotun yapısında bulunan membranın elektrotun iç ortamı ile toprak çözeltisi arasında oluşması gereken dengenin daha uzun sürede gerçekleşiyor olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Dolayısıyla satürasyon çamuru hazırlama prosedüründeki ve pH belirlemelerindeki dezavantajlı durumlardan kaynaklanan sebeplerle pH_{sat} yöntemi ile toprak örneklerinin pH belirlemeleri diğer pH belirleme yöntemlerine nazaran göre daha uzun sürede gerçekleştirilebildiği belirlenmiştir. pH_{sat} yönteminin uygulanması sırasında uygulayıcının aktif olarak analiz faaliyeti gerçekleştirdiği sürenin diğer pH analiz yöntemlerine kıyasla ortalama 95 dakika daha fazla olması doğrudan pH_{sat} yönteminin ortalama işçilik maliyeti miktarı üzerine etkide bulunmuştur. AaS'deki bu artışa bağlı olarak gerçekleşen İM'deki artışın diğer yöntemlere kıyasla ortalama 48,73 TL'lik maliyet farkına karşılık geldiği bu nedenle pH analiz yöntemlerinin TAM miktarları üzerinde en etkin maliyet unsuru olması nedeniyle pH_{sat} yönteminin TAM miktarı en fazla olan pH analiz yöntemi olması nedeniyle en maliyetli pH analiz yöntemi olmasına neden olduğu belirlenmiştir.

⁴ pH_{sat} yöntemi pH metre cihazı ile pH okuma süresi ortalama 50 dk/10 örnek, diğer pH analiz yöntemlerinin tamamı için ise ortalama 25 dk/10 örnek olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.4.'de bulunan verilerden pH analiz yöntemlerinin KMM miktarları incelendiğinde; saf su kullanılan pH_{sat} , $pH_{1:1}$, $pH_{1:2,5}$ ve $pH_{1:5}$ yöntemlerinde herhangi bir kimyasal malzeme kullanılmaması nedeniyle kimyasal malzeme kullanımına bağlı olarak herhangi bir maliyetin oluşmadığı görülmektedir. Buna karşın farklı derişimlerdeki kimyasal çözeltilerin kullanıldığı pH analiz yöntemlerinde kimyasal malzeme kullanımına bağlı maliyetlerin meydana geldiği belirlenmiştir. pH_{CaCl_2} yönteminde 0,01 M $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ çözeltisi [1:1;w:v] oranında, pH_{KCl} yönteminde 0,1 M KCl çözeltisi [1:1;w:v] oranında ve pH_{BaCl_2} yönteminde 1 M $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ çözeltisi [1:1;w:v] oranında kullanılmıştır. $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ kimyasal maddesinin ortalama birim maliyeti 0,09 TL/gr, KCl kimyasal maddesinin ortalama birim maliyeti 0,04 TL/gr ve $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ kimyasal maddesinin ortalama birim maliyeti ise 0,12 TL/gr'dır. Toprak çözelti oranları aynı olan söz konusu yöntemlerde 10 adet toprak numunesinin belirlenmesi sırasında kullanılan çözelti miktarları aynı olmasına rağmen yöntemlere bağlı olarak hazırlanan çözeltilerde kullanılan kimyasal malzemelerin ortalama birim maliyetleri ve kullanılan çözelti derişleri arasındaki farklardan dolayı OKMM farkları meydana gelmiştir. KMM miktarlarına göre yöntemler $pH_{sat}=pH_{1:1}=pH_{1:2,5}=pH_{1:5} < pH_{CaCl_2} < pH_{KCl} < pH_{BaCl_2}$ şeklinde sıralanmaktadır. TAM bakımından yöntemler incelendiğinde; pH_{sat} yönteminin 0,016 TL/10 örnek olan miktar ile en yüksek TAM miktarına sahip yöntem olduğu, bunun nedenin pH_{sat} yönteminde numunelerde gerçekleştirilen pH metre okumalarının diğer yöntemlere göre 25 dakika daha fazla süre harcanmasından kaynaklandığı bunda doğrudan pH metre cihazı kullanım süresini artırdığı dolayısıyla pH_{sat} yönteminde bulunan TAM değerinin diğer yöntemlere kıyasla daha fazla çıkmasına neden olduğu belirlenmiştir. Sulu çözeltiler şeklinde hazırlanan diğer pH yöntemlerinde ise pH metre cihazı ile pH değeri okumaları kısa zamanda gerçekleştirilebilmiş bu nedenle söz konusu pH analiz yöntemlerinin TAM değerleri pH_{sat} yöntemine kıyasla daha az bulunmuştur⁵. Yöntemler arası EM miktarlarındaki farklarda pH metre cihazında gerçekleştirilen okumalar sırasında meydana gelen cihaz okuma süresi farklarından kaynaklanmakta bu nedenle pH_{sat} yöntemi en uzun pH metre okuma süresine ihtiyaç duyan yöntem olması nedeniyle en fazla enerjinin kullanıldığı dolayısıyla EM miktarı en fazla olan yöntem olarak diğer yöntemlerden farklılaştığı görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.4.).

⁵ pH_{sat} yöntemi dışındaki tüm toprak pH analiz yöntemlerinde yöntemin uygulama talimatına uygun olarak toprak örnekleri ile saf su veya hazırlanmış çözelti karışımları kullanılmaktadır. Bu nedenle gerçekleştirilen faaliyetler birbirine benzer nitelik taşımaktadır.

İM, KMM, TAM ve EM maliyetlerinin toplanması ile elde edilen TAM miktarı bakımından yöntemler $pH_{1:1} = pH_{1:2,5} = pH_{1:5} < pH_{CaCl_2} < pH_{KCl} < pH_{BaCl_2} < pH_{sat}$ olarak sıralanmaktadır. Çalışmada karşılaştırması yapılan 7 farklı pH analiz yöntemi arasında TAM miktarı en yüksek dolayısıyla en maliyetli yöntemin 61,58 TL/10 örnek maliyet miktarı ile pH_{sat} yönteminin olduğu, en ekonomik yöntemlerin ise 12,84 TL/10 örnek maliyet miktarı ile $pH_{1:1}$, $pH_{1:2,5}$ ve $pH_{1:5}$ yöntemlerinin olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.4.).

Çalışmada 7 farklı pH tayin yöntemi elde edilen analitik sonuçlar ve yöntemlerin TAM bakımından karşılaştırılması yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda pH_{BaCl_2} yöntemi dışındaki tüm yöntemlerin çalışmaya konu olan bölgede bulunan bağ alanlarında pH belirlemeleri amacıyla kullanılabileceği, söz konusu yöntemler arasından pH_{KCl} yönteminin pH_{sat} yöntemine benzer sonuçlar vermesi nedeniyle seçilebileceği, pH_{CaCl_2} yönteminin ise toprak çözeltisindeki şartları çözeltide kullanılan Ca^{+2} iyonu derişiminin artışı sebebiyle en iyi oranda karşılayan yöntem olması ve aynı zamanda $CaCO_3$ varlığında daha gerçekçi pH değerlerinin belirlenmesi yönünden avantajlar içermesi nedeniyle kullanılabileceği, önerilen pH_{KCl} ve pH_{CaCl_2} yöntemlerinin en ekonomik yöntemler olmamasına karşın pH_{sat} yöntemine kıyasla çok daha ekonomik olması nedeniyle kullanılması önerilmektedir. Bunun yanında aynı analiz prosedürü içerisinde EC değerinin de belirlenmek istenmesi durumunda $pH_{1:1}$ yönteminin kullanılmasının özellikle ekonomik bunun yanında analitik nedenlerden dolayı daha isabetli olacağı düşünülmektedir.

4.1.2. EC:

Çalışmada toprak örneklerinin EC değeri belirlemeleri 4 farklı analiz yöntemi uygulanarak belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.5. ve Ek Çizelge 1'de verilmiştir.

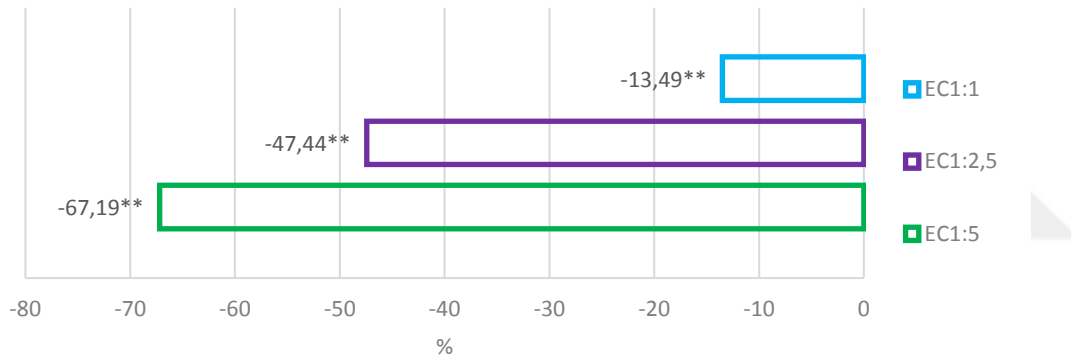
Çizelge 4.5. EC analiz sonuçları ($\mu S/cm$)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
EC_{sat}	147	1071	467	215
$EC_{1:1}$	116	970	376	186
$EC_{1:2,5}$	86	552	229	113
$EC_{1:5}$	64	365	160	69

Farklı EC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan EC değerlerinin; EC_{sat} yöntemiyle 147-1071 $\mu\text{S/cm}$, EC_{1:1} yöntemiyle 116-970 $\mu\text{S/cm}$, EC_{1:2,5} yöntemiyle 86-552 $\mu\text{S/cm}$ ve EC_{1:5} yöntemiyle ise 64-365 $\mu\text{S/cm}$ değerleri arasında değişim gösterdiği bulunmuştur. Bulunan ortalama EC değerlerine göre yöntemler EC_{1:5} < EC_{1:2,5} < EC_{1:1} < EC_{sat} şeklinde sıralanmıştır. Bulunan sonuçlara göre en düşük ortalama EC değeri EC_{1:5} yöntemiyle, en yüksek ortalama EC değeri ise EC_{sat} yöntemiyle bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.5.).

EC_{sat} yöntemiyle elde edilen EC değerlerinin referans EC değerleri olarak kabul edildiği durumda, EC_{1:1} yöntemiyle %13,49, EC_{1:2,5} yöntemiyle %47,44 ve EC_{1:5} yöntemiyle %67,91 oranında daha düşük EC sonuçlarının elde edildiği belirlenmiştir (Grafik 4.2.).

Grafik 4.2. EC_{sat} değerlerine göre %Δ EC



EC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan EC değerleri arasındaki ilişkiler incelendiğinde; en yüksek ilişkinin EC_{1:2,5} X EC_{1:5} yöntemleri arasında bulunmuştur. En düşük ilişki ise EC_{sat} X EC_{1:5} yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.6.).

Çizelge 4.6. EC analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
EC _{1:2,5} X EC _{1:5}	EC _{1:2,5} = -31,597 + 1,623*EC _{1:5}	0,984**
EC _{sat} X EC _{1:1}	EC _{sat} = 47,757 + 1,113*EC _{1:1}	0,963**
EC _{1:1} X EC _{1:2,5}	EC _{1:1} = 37,843 + 1,479*EC _{1:2,5}	0,903**
EC _{1:1} X EC _{1:5}	EC _{1:1} = -10,590 + 2,412*EC _{1:5}	0,893**
EC _{sat} X EC _{1:2,5}	EC _{sat} = 87,792 + 1,656*EC _{1:2,5}	0,873**
EC _{sat} X EC _{1:5}	EC _{sat} = 34,467 + 2,694*EC _{1:5}	0,861**

Farklı EC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan EC değerleri arasındaki farkların tamamının %99 seviyesinde anlamlı düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.7.).

Çizelge 4.7. Eşli-t testi sonuçları (EC)

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔEC
EC _{sat} - EC _{1:1}	11,872	0,000	90,25**
EC _{sat} - EC _{1:2,5}	15,252	0,000	237,77**
EC _{sat} - EC _{1:5}	15,805	0,000	306,15**
EC _{1:1} - EC _{1:2,5}	12,594	0,000	147,52**
EC _{1:1} - EC _{1:5}	13,881	0,000	215,90**
EC _{1:2,5} - EC _{1:5}	11,910	0,000	68,38**

Toprak örneklerinin dolayısıyla toprakların içerdiği elektrolit (tuz) miktarının belirlenmesine yönelik olarak toprağın elektriksel iletkenliği miktarının belirlemek kolay ve hızlı bir şekilde gerçekleştirilebilen analiz yöntemlerinden birini teşkil etmektedir. Toprak örneğinin elektriksel iletkenlik değeri söz konusu numunenin içerdiği farklı iyon türlerinin toprak çözeltisi içerisindeki miktarı ile doğru orantılı olarak artmaktadır. Toprak çözeltisi içerisinde iyon halinde bulunan iyon türlerinin her birinin birim derişim miktarında oluşturmakta olduğu iletkenlik miktarı aynı olmamaktadır. Her iyon kendine özgü özellikleri ile farklı iletkenlik değerlerinin meydana gelmesine neden olmaktadır. Bu nedenle toprak örneklerinin veya bir çözeltinin elektriksel iletkenlik değerinden yola çıkılarak iyonların ve buna bağlı iyon derişimlerinin kantitatif olarak belirlenebilmesi mümkün olamamaktadır. EC belirlemelerinde bu nedenle KCl çözeltisinin kullanılmakta olduğu bir kalibrasyon çözeltisi kullanılarak EC belirlemesinin gerçekleştirileceği cihaz kalibre edilmekte ve toprak örneğinin elektrolit konsantrasyonu KCl eşdeğeri türünden belirlenmektedir (Nieder, 2008).

Toprak örneklerinin içerdiği elektrolit derişiminin hızlı bir şekilde belirlenebilmesi için kullanılan EC yöntemi, bir çözelti içerisinde bulunan ve çözünmüş haldeki iyonların miktarına bağlı olduğu dolayısıyla bir çözelti içerisindeki çözünmüş iyonların artmasına paralel olarak çözeltinin geçirdiği elektrik miktarının yani iletkenliği artış göstermektedir. EC belirlemeleri doğrudan birim hacim içerisindeki iyonların toplam derişimine bağlı olarak derişim göstermektedir. EC yöntemi olarak uygulanan yöntemin toprak:H₂O oranı azaldıkça birim hacimde çözünen iyonların toplam derişimi göreceli olarak azalacağından söz konusu çözeltinin EC değeri de azalış göstereceği rapor edilmektedir (Nieder, 2008).

Schachtschabel et al. (1984), toprakların elektrolit içeriklerinin dolayısıyla tuzlulaşmasının doğal yollardan gerçekleşen ve suni nedenlerden dolayı meydana gelen sebeplerden kaynaklanmakta olduğunu bildirmektedir. Toprağa doğal yollardan gerçekleşen elektrolit girişinin hümid iklim koşulları altında nehir ile denizin bir araya geldiği alanlarda oluşmakta olduğu, arid iklim bölgelerinde ise bunun yağışlar yoluyla gerçekleşebileceğini sonuncusunun da taban suyunun katkısıyla meydana gelebileceğini bildirmektedir. Suni nedenlerden kaynaklanan tuzluluk hümid iklim koşulları altında sodyumca zengin atık sular, aşırı ve bilinçsiz gübreleme nedeniyle oluşmaktadır. Arid iklim bölgelerinde toprağa elektrolit ilavesi sulama yoluyla da meydana gelmektedir. Toprak örneklerinin ister doğal ister suni yollarla gerçekleşsin gerçekleşen elektrolit birikimin sonucunda söz konusu etkinin düzeyini belirlemeye yönelik olarak toprak çözeltisinin elektriksel iletkenliğini karakterize eden tekniklerin kullanılması ile gerçekleştirilmektedir. Genel olarak toprak örneklerinin EC değerleri toprak numunelerinin H₂O yardımıyla hazırlanan satürasyon macunlarında okunmak suretiyle belirlenmektedir.

Toprakların elektriksel iletkenlik değeri özellikle kurak iklim koşulları altında bulunan topraklarda çoğunlukla görülmekte olan tuzluluk sorununun kontrolü için önemli bir parametredir. Tuzluluk sorunun kontrolü için toprakların içerdiği tuz miktarı ve tuzluluğa neden olabilecek tuzların türünün de bilinmesi önemlidir. Toprakların tuzluluk durumunun belirlenmesine yönelik olarak toprak örneklerinin satürasyon çamuru haline getirilmekte ve EC metre cihazları kullanılmak suretiyle toprak örneklerinin tuz içeriklerinin durumu belirlenebilmektedir. Bu amaca yönelik olarak satürasyon çamuru yöntemi yanında farklı toprak su oranlarında hazırlanarak elde edilen toprak ekstraktlarında belirlenmekte olan EC analiz yöntemleri mevcuttur (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007). Toprakların tuzluluk durumunun tespitine yönelik geleneksel olarak kullanılan yöntem satürasyon çamuru içerisinde gerçekleştirilen EC belirleme (EC_{sat}) yöntemi kullanım açısından fazlaca tercih edilmektedir (Richards, 1954). Satürasyon yöntemi doğası gereği bitki-toprak ve dolayısıyla topraktaki tuzluluğun bitkiye etkisini belirlemek ve değerlendirebilmek için normal şartlara en yakın belirleme tekniği olarak kabul edilmektedir. Satürasyon çamuru yönteminde toprağın su ile doyma noktası ve o noktada gerçekleşen toprakta bulunan iyonların toprak çözeltisi içerisindeki denge durumu tuzluluk durumunun ve dolayısıyla tuzluluk stres durumunun belirlenmesi ve açıklanabilmesi için doğala en yakın prosedür olarak kabul edilmektedir (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

Longenecker and Layerly (1964), satürasyon çamuru yönteminin tüm avantajlarına karşın bazı olumsuz özelliklerinin bulunduğunu bildirmişlerdir. Satürasyon çamurunun hazırlanışında uygulayıcı tarafından doygunluk noktasının tespiti kişisel tecrübe ve gözlem farklılıkları nedeniyle değişim gösterebileceğini, bu nedenle tekrarlanabilirlik başarısında problemler oluşabildiğini bildirmektedirler. Satürasyon çamuru yöntemi ile EC belirlemeleri için analiz zamanının ve numunenin analize hazır hale getirilmesi için harcanan emeğin yüksek olması söz konusu yöntemi maliyetli ve zor bir yöntem haline getirmektedir (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007).

H₂O kullanılarak uygulanan ve farklı toprak:H₂O oranlarda kullanılan EC analiz yöntemlerinin uygulanmasının toprak/H₂O oranı azaldıkça tarla şartlarından o oranda uzaklaşıldığı bildirmektedir (Rhoades, 1996). Toprak/H₂O oranının etkisi ağırlıklı olarak toprakta bulunan zor çözünür tuz bileşiklerinin çözünürlüklerini değiştirmesi yönündeki etki yoluyla ortaya çıkmaktadır (Reitmeier, 1946). Toprak su oranı azaldıkça toprakta normalde gerçekleşen iyon dengesinden ve gerçek tarla koşullarından o oranda uzaklaşmakta olduğu düşünülmektedir. Bu etki minerallerin çözünürlüğü, iyon hidrolizi ve değişebilir katyonların durumunun farklılaşması ile ortaya çıkmaktadır (Robbins and Wiegand, 1996).

Satürasyon çamuru yöntemi dışında farklı toprak su oranlarında hazırlanarak kullanılabilecek EC belirleme yöntemlerinin bazı olası olumsuzluklarına karşın toprak/H₂O oranı küçüldükçe ilgili EC analiz yönteminin gerçekleştirilmesi de o oranda kolay ve avantajlı hale gelebilmektedir (Rhoades, 1996).

Çalışmada uygulanan EC_{1:1}, EC_{1:2,5} ve EC_{1:5} yöntemleri EC_{sat} yöntemine nazaran daha az kabiliyet gerektirmektedir. Tarla koşullarını tam olarak temsil edememelerine karşın EC_{1:1}, EC_{1:2,5} ve EC_{1:5} yöntemleri uygulama kolaylığı ve analizin sonuçlandırılması için gereken süre bakımından son derece avantajlı EC analiz yöntemleri olarak karşımıza çıkmaktadır. Objektif açıdan değerlendirmek gerektiğinde, söz konusu yöntemlerin EC_{sat} yöntemine bir alternatif olarak gayet kullanışlı şekilde kullanılabileceği ihtimali diğer araştırmacılar tarafından da dikkate alınmış bu nedenle çalışmada elde edilen verilerin doğrultusunda katıldığımız bir görüş olarak neticelenmiştir (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007; McKenzie et al., 1983; Jurinak and Suarez, 1996; Richards, 1954; Longenecker and Layerly, 1964; Fowler and Hamm, 1980). Ayrıca farklı toprak/H₂O oranlarında olan EC analiz yöntemlerinin farklı amaçlar doğrultusunda çalışan özel laboratuvarlar

tarafından kullanılmakta olduğu bilinmektedir (Robbins and Wiegand, 1996; Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007). EC_{sat} yöntemini kullanmak yerine diğer alternatif EC analiz yöntemlerini kullanan bu tür laboratuvarların gerçekte olan EC değerini tespit etmek için bir hesaplama faktörü kullanmak suretiyle EC değerlerini belirlemekte oldukları görülmektedir. Bu sayede zor ve fazla emek gerektiren EC_{sat} yöntemi yerine diğer yöntemler kullanılabilmekte ve EC belirlemeleri sırasında uygulama ve maliyet avantajları sağladıkları belirtilmektedir (Khorsandi and Alaei Yazdi, 2007). Bu çerçevede birçok araştırmacı tarafından çalışmalar gerçekleştirilmiş ve seçilen toprak:H₂O oranlarında EC analiz yöntemine bağlı olarak tespit edilen EC değerlerinin satürasyon çamuru değerlerine dönüştürülebilmesine yönelik uygulamalar kullanılmıştır (Bkz. Çizelge 4.8.). Dolayısıyla farklı çalışmalarda elde edilen bulgular birlikte değerlendirildiğinde; satürasyon çamuru yöntemi ile elde edilen EC analiz sonuçları ile $EC_{1:1}$, $EC_{1:2}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemleri kullanılarak elde edilen sonuçlar arasında önemli ilişkilerin bulunduğu ve elde edilen regresyon denklemleri yardımıyla $EC_{1:1}$, $EC_{1:2}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemleri ile elde edilen EC sonuçlarının EC_{sat} yöntemi değerlerine dönüştürülebileceği birçok araştırmacı tarafından mümkün olduğu belirtilmektedir (Hogg and Henry, 1984; Pittman et al., 2001; Hanlon et al., 1998; Alavi Panah and De Dapper, 2001).

Çizelge 4.8. Bazı EC analiz yöntemlerinin farklı ülkelerdeki farklı toprak tiplerinde uygulanması sonucunda aralarında tespit edilen ilişkilerin durumu

Tekstür	Regresyon Denklemi	Toprak/H ₂ O	Örnekleme Yeri	Yazarlar
İnce	$EC_{sat} = -0,07 + 1,47 \cdot EC_{1:1}$	1:1	Sask, Kanada	Hogg and Henry (1984)
Orta	$EC_{sat} = -0,24 + 1,62 \cdot EC_{1:1}$			
Kaba Birlikte	$EC_{sat} = 0,05 + 2,06 \cdot EC_{1:1}$ $EC_{sat} = -0,66 + 1,56 \cdot EC_{1:1}$			
İnce	$EC_{sat} = -170 + 1,94 \cdot EC_{1:1}$	1:1	Oklahoma, ABD	Pittman et al. (2001)
Kaba	$EC_{sat} = 1542 + 2,59 \cdot EC_{1:1}$			
Birlikte	$EC_{sat} = 1094 + 2,11 \cdot EC_{1:1}$			
İnce	$EC_{sat} = -0,03 + 2,16 \cdot EC_{1:2}$	1:2	Sask, Kanada	Hogg and Henry (1984)
Orta	$EC_{sat} = -0,36 + 2,35 \cdot EC_{1:2}$			
Kaba Birlikte	$EC_{sat} = 0,17 + 2,79 \cdot EC_{1:2}$ $EC_{sat} = -0,08 + 2,27 \cdot EC_{1:2}$			
Kumlu Topraklar	$EC_{sat} = 8 \cdot EC_{1:2}$	1:2	Florida, ABD	Hanlon et al. (1998)
Yüzey (<20 cm)	$EC_{sat} = 8,79 \cdot EC_{1:5}$	1:5	Ardakan, İran	Alavi Panah and De Dapper (2001)

Araştırmada farklı EC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan EC değerleri arasındaki ilişkilerin Miller and Kissel (2010), Khorsandi and Alaei Yazdi (2007), Matthees et al. (2017) ve Sonneveld and Van Den Ende (1971) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan ilişkiler ile aynı paralellikte olduğu, çalışmada toprak örneklerinin alındığı alanlarda bulunan EC değerlerinin ise Çoban vd. (2016), Yağmur ve Okur (2018) ve Ateş vd. (2016) tarafından aynı bölgelerde bulunan EC değerleri ile uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmada kullanılan 4 farklı EC analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.9.).

Çizelge 4.9. EC analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	TAM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
EC _{sat}	85	43,61	0	0,004	0,001	43,61
EC _{1:1}	7,5	3,85	0	0,002	0,001	3,86
EC _{1:2,5}	7,5	3,85	0	0,002	0,001	3,86
EC _{1:5}	7,5	3,85	0	0,002	0,001	3,86

10 adet toprak örneğinin farklı EC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları Çizelge 4.6.'dan incelendiğinde; EC_{sat} yöntemi için 43,61 TL ve pH_{1:1}-pH_{1:2,5}-pH_{1:5} yöntemleri için ise 3,86 TL seviyesinde meydana geldiği görülmektedir. Hesaplanan TAM miktarları bakımından yöntemlerin EC_{1:1} = EC_{1:2,5} = EC_{1:5} < EC_{sat} olarak sıralandıkları belirlenmiştir (Çizelge 4.9.).

Araştırmada farklı EC analiz yöntemlerinin uygulanması oluşan TAM miktarları belirlenmiştir. TAM miktarları üzerinde etkili olan maliyet faktörleri ayrı ayrı Çizelge 4.9.'dan incelendiğinde; EC_{sat} yöntemiyle EC'si belirlenen numunelerde numunelerin satüre hale getirilmesi için uzun zamana ihtiyaç duyulduğu görülmektedir. EC_{1:1}, EC_{1:2,5} ve EC_{1:5} yöntemleri EC_{sat} yöntemiyle numunenin analize hazırlanması bakımından karşılaştırıldığında EC_{sat} yönteminin uygulanmasında ortalama 70 dakika fazla süreye gereksinim olduğu görülmektedir. Bunun nedeni diğer EC yöntemlerine göre EC_{sat} yönteminde toprağın analiz yöntemine uygun olarak satürasyon çamuru haline getirilmesinin çok daha zor, zahmetli dolayısıyla zaman tüketen bir işlem olmasından kaynaklanmaktadır. Diğer EC analiz yöntemlerinde toprak su oranına göre karışımlar yapılmakta olduğundan bu karışımların hazırlanması daha kolay, zahmetsiz dolayısıyla daha az süre

kullanılarak gerçekleştirilebilmektedir. EC_{sat} yönteminde satürasyon çamurunda EC cihazı okumalarının gerçekleştirilmesi diğer toprak EC yöntemleri kullanılarak elde edilen numunelere nazaran daha uzun sürede gerçekleştirilebilmektedir. Bu süre farkı numune başına ortalama 0,75 dakikadır. Satürasyon çamurunda EC okumaları sırasında toprak örneklerinde EC tayini sırasında genellikle plastik tabanlı bir çerçeve içerisinde bulunan ve genellikle 4 elektrot hücresi bulunan tasarımdaki EC elektrotları kullanılmaktadır. Bu elektrotlar içerisinde bulunan ölçüm hücrelerinin toprak su karışımı ile iyice değinim halinde olması ve bu sıradaki süspansiyonun da kararlı olması ölçümün doğruluğu ve süresi üzerinde etkili olmaktadır. EC_{sat} yönteminde ölçülen toprak satürasyon çamurunun söz konusu ölçüm hücrelerinin yüzeyine iyice değinim halinde gelebilmesi için ek zamana ihtiyaç duyulmuştur buda örnek başına gereksinim duyulan cihaz okuma süresini arttırmıştır. Satürasyon çamuru haline getirilmiş olan toprak numunelerinde EC cihazı kullanılarak gerçekleştirilen EC tayinlerinde numune içerisindeki toprak çözeltisi oranının düşük olması yanında EC cihazı ile numune tayinlerinde kullanılan elektrotunun ölçüm süresini okuma verisinin sabitlenmesi açısından daha uzun sürenin geçmesine yol açmıştır. Bu durum dolayısıyla EC cihazındaki cihaz okuma değerlerinin kararlı ve güvenilir hale gelmesi için daha fazla sürenin kullanılmasına neden olmuştur. Bu nedenlere bağlı olarak EC_{sat} yöntemi ile toprak örneklerinin EC tayinleri sırasında $EC_{1:1}$, $EC_{1:2,5}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemlerine nazaran daha uzun analiz süreleri kullanılmıştır.

EC_{sat} yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilen satürasyon çamuru hazırlama prosedürü ve sonrasında EC metre okumaları sırasında diğer EC yöntemlerine nazaran uygulayıcı tarafından daha fazla süreye gereksinim duyulması EC_{sat} yönteminin AaS miktarı üzerinde doğrudan etki etmiş, buna bağlı olarak EC_{sat} yöntemi İM miktarının diğer yöntemlere kıyasla aşırı düzeyde artmasına neden olmuştur. Uygulanan 4 adet EC belirleme yönteminin KMM miktarları incelendiğinde; söz konusu yöntemlerde herhangi bir kimyasal malzeme kullanımı olmaması nedeniyle kimyasal malzeme tüketimine bağlı olarak herhangi bir maliyet oluşmamıştır. EC belirlemelerinde kullanılan EC metre cihazının yöntemlere göre hesaplanan AM miktarları EC_{sat} yöntemi için 0,004 TL, $EC_{1:1}$, $EC_{1:2,5}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemleri için 0,002 TL seviyelerinde bulunmuştur. AM miktarları arasında oluşan 0,002 TL'lik fark EC metre okuma süreleri arasında numune başına bulunan ortalama 45 sn'lik farktan kaynaklanmıştır⁶. EM düzeyleri

⁶ EC_{sat} yönteminde EC metre okumaları ortalama 15 dk/10 örnek (15/10=1,5 dk=90 sn), $EC_{1:1}$, $EC_{1:2,5}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemlerinde EC metre okumaları ortalama 7,5 dk/10 örnek (7,5/10=0,75 dk=45 sn).

tüm yöntemler için aynı kabul edilmiştir⁷. EC belirleme yöntemleri TAM miktarları bakımından $EC_{1:1}=EC_{1:2,5}=EC_{1:5} < EC_{sat}$ olarak sıralanmış ve en maliyetli yöntemin EC_{sat} yöntemi olduğu belirlenmiştir. EC_{sat} yönteminin EC belirleme yöntemleri arasında en maliyetli yöntem olması üzerinde en etkin unsurun AaS değerinin artmasına bağlı paralel olarak artan İM miktarının olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.9.).

Ülkemizde EC belirlemeleri için kullanılan EC yönteminin satürasyon çamuru hazırlanarak uygulanan ve bu çalışmada EC_{sat} kısaltması ile ifade edilen yöntemin kullanılmasının ağırlıklı olarak tercih edilmektedir. EC_{sat} yönteminin özel toprak analiz laboratuvarlarında kullanılma gerekçelerine bakıldığında bunun TÜGEN tarafından laboratuvarların yetkilendirilmesi sırasında kullanılmasını önerdiği yöntem olmasından kaynaklandığı da görülmektedir (TÜGEM, 2009). Genel olarak bakıldığında; pH yöntemleri kısmında da belirtildiği üzere pH_{sat} yönteminde gerçekleştirilen pH değeri belirlemesi sırasında veya sonrasında aynı satürasyon çamurunda EC belirlemeleri de yapılabilir. Aynı durum $EC_{1:1}$, $EC_{1:2,5}$ ve $EC_{1:5}$ yöntemleri içinde geçerli olmaktadır. Buradan hareketle pH ve EC belirlemelerinin aynı yöntem ile gerçekleştirilebileceği yöntemlerin (SAT_{pH-EC} , $1:1_{pH-EC}$, $1:2,5_{pH-EC}$ ve $1:5_{pH-EC}$) uygulama maliyetlerini (TAM) aynı yöntemle belirlenebilen parametre adedi dikkate alınarak yeniden hesapladığında söz konusu yöntemlerin TAM miktarlarının durumu Çizelge 4.10.'da gösterildiği şekilde meydana gelmektedir.

Çizelge 4.10. pH ve EC analizlerinin birlikte yapılabilirdiği yöntemlerin TAM miktarları

Yöntem	TAM (TL/10 örnek)
SAT_{pH-EC}	34,64
$1:1_{pH-EC}$	8,35
$1:2,5_{pH-EC}$	8,35
$1:5_{pH-EC}$	8,35

Aynı toprak örneğinde pH ve EC belirlemelerinin aynı anda yapılması istendiğinde veya müşteri tarafından talep edildiğinde TAM açısından en uygun ve ekonomik yöntemin $1:1_{pH-EC}$ yöntemi olduğu dolayısıyla tercih edilmesinin uygun olacağı düşünülmektedir. Örneklerde yalnızca pH belirlemeleri yapılmak istendiğinde pH analizleri bölümünde nedenleri ile birlikte açıklanan pH analiz yöntemlerinden birinin seçilmesinin uygun olacağı düşünülmektedir.

⁷ 15 dakika EC metre okuması için tüketilen ortalama enerji miktarı ile 7,5 dakika EC metre okuması için tüketilen ortalama enerji miktarı dolayısı ile maliyetleri arasında 0,0005 TL fark vardır.

4.1.3. %CaCO₃:

Çalışmada toprak örneklerinin %CaCO₃ miktarlarının kantitatif olarak belirlenebilmesi amacıyla 4 farklı analiz yöntemi uygulanmak suretiyle bulunan analitik sonuçlar Çizelge 4.11. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

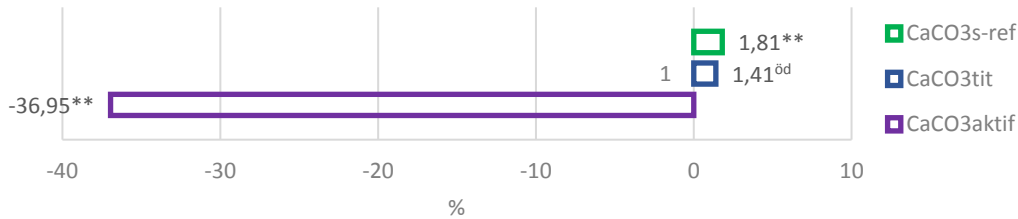
Çizelge 4.11. CaCO₃ analiz sonuçları (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
CaCO _{3s}	0,89	19,15	4,98	4,30
CaCO _{3s-ref}	0,96	20,01	5,07	4,39
CaCO _{3tit}	0,75	16,87	5,05	3,92
CaCO _{3aktif}	0,06	11,82	3,14	2,80

Elde edilen sonuçlara göre toprak örneklerinin karbonat içeriklerinin CaCO_{3s} yöntemiyle %0,89-19,15, CaCO_{3s-ref} yöntemiyle %0,96-20,01, CaCO_{3tit} yöntemiyle %0,75-16,87 ve CaCO_{3aktif} yöntemiyle %0,06-11,82 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Uygulanan karbonat belirleme yöntemleri ile elde edilen ortalama %CaCO₃ miktarlarına göre sonuçlar CaCO_{3aktif} < CaCO_{3s} < CaCO_{3tit} < CaCO_{3s-ref} şeklinde sıralanmış olduğu izlenebilmektedir (Çizelge 4.11.).

CaCO_{3s} yöntemiyle elde edilen %CaCO₃ değerlerinin referans %CaCO₃ değerleri olarak kabul edildiği durumda, CaCO_{3s-ref} yöntemiyle %1,81 ve CaCO_{3tit} yöntemiyle %1,41 oranında yüksek, CaCO_{3aktif} yöntemiyle ise %36,95 oranında daha düşük %CaCO₃ değerlerinin belirlendiği tespit edilmiştir (Grafik 4.3.).

Grafik 4.3. CaCO_{3s} değerlerine göre %Δ CaCO₃



Farklı CaCO₃ analiz yöntemleri arasında bulunan ilişkiler incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre önemli ilişkiler bulunmuştur. Bu doğrultuda en yüksek ilişki CaCO_{3s} X CaCO_{3sref} yöntemleri arasında, en düşük ilişki ise CaCO_{3tit} X CaCO_{3aktif} yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.12.).

Çizelge 4.12. %CaCO₃ analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
CaCO _{3s} X CaCO _{3sref}	CaCO _{3s} = 0,014 + 0,980*CaCO _{3sref}	0,999**
CaCO _{3s} X CaCO _{3tit}	CaCO _{3s} = -0,489 + 1,082*CaCO _{3tit}	0,986**
CaCO _{3sref} X CaCO _{3tit}	CaCO _{3sref} = -0,499 + 1,102*CaCO _{3tit}	0,984**
CaCO _{3s} X CaCO _{3aktif}	CaCO _{3s} = 0,718 + 1,409*CaCO _{3aktif}	0,929**
CaCO _{3sref} X CaCO _{3aktif}	CaCO _{3sref} = 0,726 + 1,436*CaCO _{3aktif}	0,929**
CaCO _{3tit} X CaCO _{3aktif}	CaCO _{3tit} = 1,251 + 1,257*CaCO _{3aktif}	0,914**

Farklı CaCO₃ analiz yöntemleri uygulanarak bulunan %CaCO₃ değerleri arasındaki farkların CaCO_{3s} - CaCO_{3sref}, CaCO_{3s} - CaCO_{3aktif}, CaCO_{3sref} - CaCO_{3aktif} ve CaCO_{3tit} - CaCO_{3aktif} yöntemleri arasında %99 seviyesinde anlamlı düzeyde olduğu, CaCO_{3s} - CaCO_{3tit} ve CaCO_{3sref} - CaCO_{3tit} yöntemleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu görülmektedir (Çizelge 4.13.).

Çizelge 4.13. Eşli-t testi sonuçları (%CaCO₃)

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔCaCO ₃ (%)
CaCO _{3s} - CaCO _{3sref}	-5,295	0,000	-0,089**
CaCO _{3s} - CaCO _{3tit}	-0,773	0,443	-0,073 ^{öd}
CaCO _{3s} - CaCO _{3aktif}	7,619	0,000	1,954**
CaCO _{3sref} - CaCO _{3tit}	0,152	0,880	0,016 ^{öd}
CaCO _{3sref} - CaCO _{3aktif}	7,664	0,000	2,043**
CaCO _{3tit} - CaCO _{3aktif}	8,869	0,000	2,027**

Farklı özdeklerden gelmek suretiyle toprakların kireç içeriklerini belirleyen kimyasal bileşikler farklı moleküler yapılarda olabilmektedir. Kireç kelimesi anlamı itibari ile dilimizde CaCO₃ moleküler formülü ile gösterilen kimyasal bileşiğin genel adı olarak kullanılmaktadır. Oysa toprak örneklerinde kireç belirlemesi sırasında CO₃⁻² iyonu ile bileşik oluşturma kabiliyetinde bulunan katyon ve katyon gruplarının tamamı ile bileşik oluşturan ve CO₃⁻² iyonu halinde ilgili bileşik içerisinde yer alan karbonat iyonu ve dolayısı ile bu bileşiklerin tamamının miktarı belirlenmektedir. Topraklarda CO₃⁻² anyonu farklı katyonlar ile yaptığı bileşiklere göre farklı isimler ile tanımlanabilmektedir. Toprakta CO₃⁻² ile karbonat bileşikler oluşturan minerallerden bazıları, kalsit (CaCO₃), magnesit (MgCO₃), dolomit (CaMg(CO₃)₂), siderit (FeCO₃) ve nadiren bulunmakla birlikte soda (Na₂CO₃) gibi formlarda bulunabilmektedir. Bu bileşiklerin tamamı ortama HCl ilavesi sonucunda reaksiyona girmekte ve CO₂ gazı oluşumunun meydana gelmesine yol açmaktadır (Hoffmann, 1991; König, 1923).

Toprak bünyesinde karbonatlı bileşikler dışında HCl ile reaksiyona sokulmaları sonrasında CO₂ gazı oluşumuna yol açan bileşiklerin bulunduğu, bunların dekarboksile olabilen aromatik bileşikler, H₂S (sülfidler) ve SO₂ (sülfidler) şeklinde toprakta bulunabileceği bildirilmektedir (Hoffmann, 1991; Nelson, 1982).

Kacar (2009), kurak ve yarı kurak iklim koşulları altındaki topraklarda bulunan karbonatlı bileşiklerin çoğunlukla kalsit ve dolomit formunda bulunduğunu bildirmektedir. Toprakta bulunan ve karbonat içeren bileşiklerin genel olarak birbiri içerisinde heterojen bir dağılım göstermekte olduğu belirtilmektedir. Bu nedenle karbonat tayininin güvenilir bir şekilde analiz edilebilmesi için toprak numunelerinin ince öğütülmelerinin analiz doğruluğu açısından daha iyi olacağı kabul edilmektedir. Toprak örneği içerisinde bulunan kalsit HCl ile tepkimeye girdiğinde söz konusu reaksiyon bir dakikalık süre zarfında sonuçlanabilmektedir. Ancak örneklerde dolomit ve diğer karbonatlı bileşiklerin bulunması halinde HCl ile oluşacak reaksiyonun daha uzun süreler aldığı (5-6 saat) rapor edilmektedir (Kacar, 2009).

Topraklar farklı formlarda karbonat içeren bileşiklerin değişik kombinasyonlarını bünyelerinde barındırmaları ve bu kombinasyonda ağırlıklı olarak kalsitin (CaCO₃) genellikle de büyük oranda bulunması nedeniyle toprak analizleri sonucunda elde edilen karbonat miktarı CaCO₃ cinsinden hesaplanarak raporlanmaktadır. Toprak bünyesinde özellikle dolomitin fazla bulunduğu durumlarda elde edilen sonuçların farklılıklar ve yanlışlıklar içerebileceği ve dolayısı ile gerçekleştirilen belirlemenin hatalı olabileceği rapor edilmektedir (Schlichting and Blume, 1966).

Kantitatif kireç belirlemeleri sonucunda volümetrik yöntemlerin kullanımı sırasında ortaya çıkan CO₂ gazının miktarı CaCO₃ miktarına dönüştürülürken 2,274 katsayısı kullanılmaktadır. Bu durum dolomit söz konusu olduğunda 2,095 katsayısı ile yapılmak durumundadır. Bu nedenle dolomit içeren topraklarda gerçekleştirilen analiz sonuçlarının %100'ün üzerinde çıkması şeklinde sonuçlar ile karşılaşılabilmektedir. Kalsitin (CaCO₃) HCl ile reaksiyon süresi ile dolomitin HCl ile olan reaksiyon süreleri birbiri ile kıyaslandığında dolomit bileşiğinin reaksiyon süresinin CaCO₃'üne nazaran daha fazla zaman aldığı bildirilmektedir. Bu durumda Scheibler kalsimetresi kullanılmak suretiyle gerçekleştirilen bir analiz sırasında toprak örneklerinin nispi olarak daha fazla dolomit içermesi durumunda problemlerin oluşma olasılığı ortaya çıkmaktadır (Hoffmann, 1991).

2 mm'lik elekten elenmek suretiyle analize hazırlanan toprak örneklerinin içerisinde yalnızca CaCO_3 şeklindeki karbonatın varlığının bilinmesi durumunda hazırlanan toprak örneğinin Scheibler kalsimetresi ile 60 saniye süresince beklenmesi durumunda analizinin gerçekleştirilmesinin yeterince güvenilir sonuçlar elde etmek bakımından yeterli olacağı, toprak örneklerinin dolomit içerdiği durumlarda bunun yeterli olmayacağı bunun uygun hale getirilebilmesi için numunelerin öğütülmesi ve bir kez 0,5 mm elekten geçirilmesi gerektiği bildirilmektedir (Turner and Skinner, 1960).

Topraklarda karbonatların miktarının kalitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak gerçekleştirilen ilk çalışmalarda toprakların karbonat içeriği yarı kantitatif ve uygulanması sırasında zamanın çok harcandığı metotlar kullanılmaktaydı. Söz konusu problemi gören ve konuda çalışmalar yapan Bundy and Bremmer (1972), toprak örneklerinin karbonat içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi yönünde oluşturulan metotların genel olarak numunenin asit içeren bir kimyasal çözelti ile muamele edilmesi sonrasında ortaya çıkan CO_2 gazı miktarının gravimetrik, titrimetrik veya manometrik yöntemlerden herhangi birisinin uygulanması sonucunda belirlenebileceğini bildirmektedirler. Toprak numunelerine asit çözeltisi uygulanması ve sonrasında oluşan CO_2 gazı miktarı yoluyla toprakların karbonat içeriklerinin belirlenmesi sırasında toprakta bulunan organik madde fraksiyonlarının ve dolomit mineralinin analizler üzerinde olumsuz etkileri olabilme olasılığının bulunduğu belirtilmektedir. Bu nedenle toprakların karbonat içeriklerinin belirlenmesi sırasında organik madde fraksiyonlarından kaynaklanan CO_2 gazı çıkışının engellenmesine yönelik olarak önlemlerin alınması ve özellikle dolomit reaksiyonunu tam olarak gerçekleştirebilmek için numunenin ısıtılması gibi işlemlerden uzak durulması gerektiği bildirilmektedir (Bundy and Bremmer, 1972). Bu çerçevede toprakta karbonatların nicel olarak belirlenmesine yönelik yapılmış çalışmalara bakıldığında, farklı analiz prensiplerine dayanan belirleme yöntemlerinin bulunduğu görülmektedir (Kacar, 2009; Bundy and Bremmer, 1972; Mahi et al., 1987; Loeppert et al., 1984, Martin and Reeve, 1955; Peterson et al., 1966; Hoffmann, 1991; Schaller, 1988).

Çalışmada topraklarda bulunan karbonat içeriğinin kantitatif olarak belirlenmesine yönelik kullanılmakta olan 3 farklı analiz yöntemi kullanılmıştır. Volümetrik yöntem esasına dayanan ve Scheibler kalsimetresi kullanılması ile gerçekleştirilen Scheibler yönteminde iki farklı teknik uygulanmış ve sonucunda örneklerin karbonat belirlemeleri gerçekleştirilmiştir. Farklı yöntemlerin uygulanması sonucunda elde edilen $\%\text{CaCO}_3$ değerleri titrimetrik ve aktif kireç

belirleme yöntemiyle bulunan %CaCO₃ değerleriyle karşılaştırılmıştır. Aktif kireç miktarı özellikle kültür bitkilerinin Fe klorozu belirtilerine karşı gösterdikleri veya gösterebilecekleri tepkilerin belirlenmesi ve tahmin edilebilmesi yönünden toplam karbonat miktarının belirlenmesine göre daha sağlıklı bilgiler vermesi açısından uygulanması bazı durumlarda önerilen bir yöntem olarak belirtilmektedir (Lucena, 2000; Lindsay, 1994; Marschner, 1995; Marschner et al, 1986; Römheld, 1987).

Toprak örneklerinin farklı karbonat belirleme yöntemleri ile analiz edilmeleri sırasında kullanılan yöntemlerin sonuçları arasında anlamlı korelasyonların olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.12.). CaCO_{3s} yöntemi ile CaCO_{3sref} yöntemlerinin uygulanması sırasında kullanılan laboratuvar düzeneği aynıdır. İki yöntemin uygulanması sonucunda elde edilen sonuçlar arasında ortaya çıkmış olan %CaCO₃ miktarları arasındaki farkın CaCO_{3s} yöntemi uygulaması öncesi gerçekleştirilen atmosfer basıncı (mm Hg), sıcaklık ve buhar basıncı değerinin belirlenmesinde kullanılan cihazlar ile gerçekleştirilen okumaların buhar basıncı çizelgesindeki değerleri üzerinde meydana getirdiği belirsizlik değerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Araştırmada Scheibler kalsimetresi ile gerçekleştirilen söz konusu iki yöntemin analiz kalitesi referans toprak örneği kullanılarak ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar çerçevesinde CaCO_{3s} yönteminin analiz belirsizliğinin ve kesinliğinin CaCO_{3sref} yöntemine nazaran daha az olduğu tespit edilmiştir. CaCO_{3sref} yönteminde saf CaCO₃ kullanılarak gerçekleştirilen Scheibler kalsimetresi CO₂ gazı hacmi okumaları ile elde edilen faktör değerinin analizin gerçekleştirildiği andaki şartları daha iyi temsil etmesi nedeniyle CaCO_{3sref} yöntemi ile elde edilen değerlerin CaCO_{3s} yöntemine göre daha yüksek çıktığı belirlenmiştir. Ancak genel olarak bakıldığında, söz konusu iki yöntemin uygulanması sonucunda elde edilen değerlerin birbirine son derece yakın olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.11.). Bunun yanında CaCO_{3tit} yöntem ile elde edilen analiz sonuçları CaCO_{3s} ve CaCO_{3sref} yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz verileri ile karşılaştırıldığında, elde edilen analiz değerlerinin birbirine son derece yakın olduğu da görülmektedir. CaCO_{3tit} analiz yönteminde numune 0,5 N H₂SO₄ ile reaksiyona sokulmakta ve reaksiyon sonucunda ortamda kalan fazla H₂SO₄ 0,5 N NaOH ile fenolfitaleyn belirteci eşliğinde titre edilmekte ve elde edilen titrasyon değeri kullanılarak numunenin %CaCO₃ miktarı kantitatif olarak hesaplanmaktadır. Manisa bölgesi alüvyon tipteki topraklardan alınan toprak örneklerinin yapısında dolomit veya siderit gibi HCl ile zor veya hiç reaksiyona girmeyen karbonat minerallerinin bulunmamasının elde edilen sonuçların birbirleri ile benzerliği üzerinde etkili olduğu tahmin edilmektedir. Ayrıca gerçekleştirilen titrasyonda kullanılan fenolfitaleyn belirtecinin renk dönüm noktasının ve renk

şiddetinin söz konusu analizin doğruluğunu ve kesinliğini arttırdığı yönünde gözlem yapılmıştır. Bu nedenle $\text{CaCO}_{3\text{tit}}$ yönteminde kullanılan asit ve baz çözeltilerinin kesin normalitesi iyi belirlenirse ve toprak örnekleri göreceli olarak çok fazla miktarda dolomit ve özellikle siderit gibi mineralleri içermemeleri durumunda söz konusu yönteminde toprakta kireç belirlemeleri için kullanılabileceği kanısına varılmıştır.

Çalışmada CaCO_{3s} , $\text{CaCO}_{3\text{sref}}$ ve $\text{CaCO}_{3\text{tit}}$ yöntemleri ile elde edilen $\%\text{CaCO}_3$ miktarları ile $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemi ile elde edilen veriler birbiri ile karşılaştırıldığında, $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ sonuçlarının ortalama %37,6 oranında düşük çıktığı görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.11.). Toprak örneklerinde %aktif kireç belirlemeleri sırasında $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile toprak örneği içerisinde bulunan ve kalsitin yapısında bulunan Ca^{+2} iyonlarının çözünmesi ve sonrasında çözelti ortamına geçen Ca^{+2} iyonlarının $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ şeklinde bileşik oluşturması esasına dayanmaktadır. Burada toprakta bulunan CaCO_3 fraksiyonu içerisinde kolayca ve hızlıca çözünerek CO_3^{-2} ve HCO_3^- iyonlarının oluşumuna neden olabilecek CaCO_3 miktarının belirlenmesi amaç olarak hedeflenmektedir. CaCO_3 miktarı içerisindeki ve dissosiyeye olma kabiliyeti ve hızı nispeten fazla olan CaCO_3 fraksiyonu toprağın aktif kireç fraksiyonu yani kolayca çözülebilir bölümünü oluşturmaktadır. Topraklar içerdikleri CaCO_3 miktarı, kalsit minerali partikül büyüklüğü ve dağılımı bakımından farklılıklar gösterebilmektedir. Araştırmaya konu olan alanlardaki toprak örneklerinin aktif kireç içerikleri toplam karbonat içeriğinin ortalama ~%62'sini oluşturmaktadır. Fe, Cu, Zn ve Mn gibi bitki besin elementlerinin bitkiler tarafından kökleri yoluyla alımı toprak çözeltisi içerisinde bulunan karbonat iyonlarının derişimleri ile doğrudan ilişkili ve önemlidir. Bu nedenle söz konusu elementlerin özellikle de Fe elementinin bitkiler üzerinde oluşturduğu eksiklik belirtilerinin toprakların toplam kireç içerikleri yerine %aktif kireç içeriklerini belirlemek suretiyle daha iyi yorumlanacağı düşüncesi öne çıkmış ve günümüzde bu şekilde kabul görmüştür (Drouineau, 1942; Hagin, 1952; Yaalon, 1957). Çalışmada elde edilen bulgular bu bakımdan önemli bulunmuştur.

$\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemin rutin olarak uygulanmasını ve kullanımının önündeki en büyük engel analizin uygulama aşamalarındaki zorluk ve TAM miktarının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır (Bkz. Çizelge 4.14.). Sözü edilen nedenlerden ötürü $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yönteminin kullanımı kısıtlanmaktadır. Toprakta bulunan karbonatların toplam miktarı ile aktif kireç miktarının farklı ancak birbirleri ile ilişkili olduğundan bahsedilmiştir. Bu gerçekten yola çıkılarak toprak örneklerinde daha kolay ve TAM miktarı bakımından daha az olan yöntemlerin

kullanılması ile elde edilen sonuçlar yardımıyla örneklerin aktif kireç içeriklerinin tahmin edilmesi veya öngörülebilmesinin mümkün olduğu çalışmada elde edilen sonuçlardan çıkarılabilmektedir. Bu sayede araştırmada Gediz Ovası'nın büyük bir bölümünde bağcılık yapılan alanlardan alınan topraklardaki %CaCO₃ miktarlarının nicel olarak belirlenebilmesi için daha hızlı sonuç alınabilen ve aynı zamanda daha ekonomik olan CaCO_{3s} ve CaCO_{3sref} yöntemlerinin kullanılması sonucunda bulunacak %CaCO₃ değerlerinden faydalanılarak %aktif kireç değerlerinin çalışmada verilen regresyon denklemleri yardımıyla tahmin edilmesinin olası olduğu düşünülmektedir. Ancak söz konusu öneriyi daha da geliştirebilmek ve kesinleştirebilmek adına çalışmanın gerçekleştirildiği Gediz Ovası'nda farklı karbonat tipleri içeren farklı toprak tiplerinde gerçekleştirilerek daha kapsamlı çalışmaların yapılmasının daha güvenilir sonuçların elde edilmesi bakımından yararlı olacağı düşünülmektedir.

Araştırmada farklı kireç analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan %CaCO₃ değerleri arasında bulunan ilişkilerin Mahi et al. (1987), Maulood et al. (2012) ve Carter (1980) tarafından tespit edilen ilişkiler ile benzerlik içerisinde olduğu, çalışmanın yürütülmesinde örnekleme bölgesi olarak kullanılan alanların %CaCO₃ içeriklerinin ise Atalay (1982), Çolakoğlu (1978), Kahveci ve Atalay (2010), Çoban vd. (2016), Yağmur ve Okur (2018) ve Ateş vd. (2016) tarafından aynı bölgelerde gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan %CaCO₃ miktarları ile aynı paralellikte olduğu belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan 4 farklı CaCO₃ analiz yöntemlerinin toplam analiz maliyetleri belirlenerek karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.14.).

Çizelge 4.14. CaCO₃ analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	TAM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
CaCO _{3s}	17,5	8,98	0,10	0,00	0,00	9,08
CaCO _{3sref}	17,5	8,98	0,39	0,00	0,00	9,37
CaCO _{3tit}	22,5	11,54	0,52	0,00	0,00	12,06
CaCO _{3aktif}	22,5	11,54	4,39	0,54	0,27	16,74

10 adet toprak numunesinin farklı CaCO₃ analiz yöntemlerinin uygulanması neticesinde meydana gelen TAM miktarları; CaCO_{3s} yöntemi için 9,08 TL, CaCO_{3s-ref} yöntemi için 9,37 TL, CaCO_{3tit} yöntemi için 12,06 TL ve CaCO_{3aktif} yöntemi için ise 16,74 TL miktarlarında meydana geldiği izlenmektedir. Hesaplanan TAM

miktarları bakımından yöntemlerin $\text{CaCO}_{3s} < \text{CaCO}_{3s\text{-ref}} < \text{CaCO}_{3\text{tit}} < \text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ şeklinde sıralandıkları tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.14.).

$\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemi diğer yöntemlerden farklı olarak laboratuvar cihazlarının da kullanıldığı bir yöntemdir. Bu nedenle söz konusu yöntemin uygulanmasında kullanılan laboratuvar cihazları nedeniyle AM miktarı da oluşmaktadır. AaS miktarları bakımından yöntemlere bakıldığında; CaCO_{3s} ve $\text{CaCO}_{3\text{ref}}$ yöntemlerinin birbirine benzer prosedürler içermesi nedeniyle aynı miktarlarda AaS miktarına sahip oldukları belirlenmiştir. $\text{CaCO}_{3\text{tit}}$ ve $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemlerinin aynı sayıda analiz aşaması yanında bu aşamalarda gerçekleştirilen titrasyon faaliyetleri bakımından aynı işlemleri içermeleri nedeniyle AaS miktarlarının aynı olduğu tespit edilmiştir. Yöntemlerin İM miktarları doğrudan AaS miktarları ile ilişkili olduğundan dolayı CaCO_{3s} yöntemi ve $\text{CaCO}_{3\text{ref}}$ yöntemi İM miktarları birbirine eşit, $\text{CaCO}_{3\text{tit}}$ yöntemi ve $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemi İM miktarları birbirine eşit ancak yöntem grupları arasında farklı bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.14.).

CaCO_{3s} yönteminde yalnızca HCl kullanılmaktadır. $\text{CaCO}_{3\text{sref}}$ yönteminde ise $\%\text{CaCO}_3$ miktarının hesaplanabilmesi için ayrıca analitik saflık düzeyinde CaCO_3 kullanılarak belirleme yapılmaktadır. Bu nedenle iki yöntem arasında 0,29 TL/10 örnek KMM miktarı farkı oluşmaktadır. $\text{CaCO}_{3\text{tit}}$ yönteminde ise birim maliyetleri $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yönteminde kullanılan kimyasal malzemelere nazaran daha düşük kimyasal malzeme ve çözeltiler kullanılmaktadır. Bu nedenle $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemi uygulanan diğer üç yöntemle kıyasla KMM miktarı bakımından en maliyetli yöntem olmuştur. $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yönteminin uygulanması sırasında kullanılan laboratuvar cihazlarının kullanımının yol açtığı nedenlerden ötürü söz konusu yöntem diğer yöntemlerde oluşmayan ancak bu yöntemde meydana gelen AM ve EM oluşumuna neden olmuştur. Yöntemler TAM miktarı bakımından değerlendirildiğinde; TAM miktarının oluşumda etken olan AaS, İM, KMM, AM ve EM miktarlarındaki farklılıklardan ötürü $\text{CaCO}_{3\text{aktif}}$ yöntemi en maliyetli yöntem, CaCO_{3s} yöntemi ise en ekonomik yöntemler olmuşlardır (Bkz. Çizelge 4.14.).

4.1.4. %TOC:

Çalışmada toprak örneklerinin %TOC miktarlarının kantitatif olarak belirlenebilmesi amacıyla 3 adet doğrudan, 3 adette dolaylı olmak üzere toplam 6 farklı analiz yöntemi uygulanmak suretiyle belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.15. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

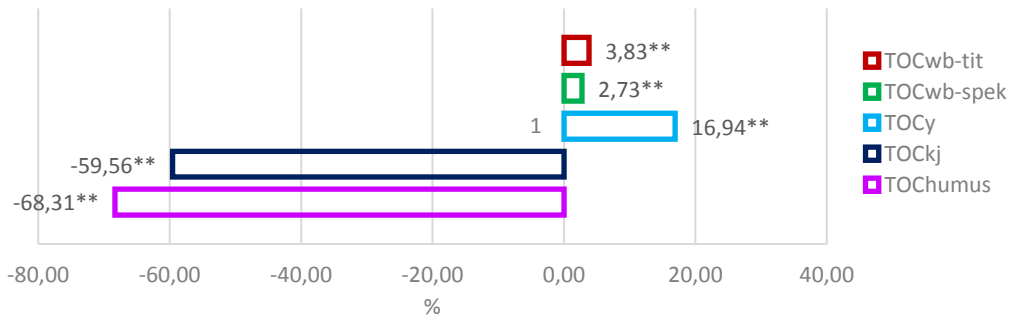
Çizelge 4.15. TOC analiz sonuçları (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
TOC _{dumas}	0,34	4,10	1,83	0,95
TOC _{wb-tit}	0,30	4,03	1,90	0,95
TOC _{wb-spek}	0,37	4,12	1,88	0,96
TOC _y	0,74	4,77	2,14	1,03
TOC _{kj}	0,32	1,46	0,74	0,30
TOC _{humus}	0,19	1,19	0,58	0,20

Elde edilen %TOC sonuçları çerçevesinde %TOC miktarlarının; TOC_{dumas} yöntemiyle %0,34-4,10, TOC_{wb-tit} yöntemiyle %0,30-4,03, TOC_{wb-spek} yöntemiyle %0,37-4,12, TOC_y yöntemiyle %0,74-4,77, TOC_{kj} yöntemiyle %0,32-1,46 ve TOC_{humus} yöntemiyle %0,19-1,19 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Uygulanan %TOC belirleme yöntemleri ile elde edilen ortalama %TOC sonuçlarına göre değerlerin TOC_{humus} < TOC_{kj} < TOC_{dumas} < TOC_{wb-spek} < TOC_{wb-tit} < TOC_y şeklinde sıralanmış olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.15.).

TOC_{dumas} yöntemiyle elde edilen %TOC değerlerinin referans %TOC değerleri olarak kabul edildiği durumda, TOC_{wb-tit} yöntemiyle %0, TOC_{wb-spek} yöntemiyle %0 ve TOC_y yöntemiyle %0 oranında daha yüksek, TOC_{humus} yöntemiyle %0 ve TOC_{kj} yöntemiyle ise %0 oranında daha düşük %TOC değerlerinin tespit edildiği görülmektedir (Grafik 4.4.).

Grafik 4.4. TOC_{dumas} değerlerine göre %Δ TOC



Farklı TOC analiz yöntemleri arasındaki farkın ($TOC_{wb-tit} - TOC_{wb-spek}$ hariç) istatistiki açıdan önemli olduğu (%95-%99) tespit edilmiştir (Çizelge 4.17.).

Çizelge 4.16. %TOC analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$TOC_{dumas} \times TOC_{wb-spek}$	$TOC_{dumas} = -0,024 + 0,984 \cdot TOC_{wb-spek}$	0,997**
$TOC_{dumas} \times TOC_{wb-tit}$	$TOC_{dumas} = -0,043 + 0,983 \cdot TOC_{wb-tit}$	0,986**
$TOC_{wb-tit} \times TOC_{wb-spek}$	$TOC_{wb-tit} = 0,066 + 0,976 \cdot TOC_{wb-spek}$	0,986**
$TOC_{dumas} \times TOC_{kj}$	$TOC_{dumas} = -0,281 + 2,872 \cdot TOC_{kj}$	0,915**
$TOC_{wb-spek} \times TOC_{kj}$	$TOC_{wb-spek} = -0,255 + 2,910 \cdot TOC_{kj}$	0,914**
$TOC_{wb-tit} \times TOC_{kj}$	$TOC_{wb-tit} = -0,172 + 2,827 \cdot TOC_{kj}$	0,898**
$TOC_{kj} \times TOC_{humus}$	$TOC_{kj} = -0,011 + 1,287 \cdot TOC_{humus}$	0,865**
$TOC_{dumas} \times TOC_{humus}$	$TOC_{dumas} = -0,441 + 3,919 \cdot TOC_{humus}$	0,837**
$TOC_{wb-spek} \times TOC_{humus}$	$TOC_{wb-spek} = -0,402 + 3,946 \cdot TOC_{humus}$	0,831**
$TOC_{wb-tit} \times TOC_{humus}$	$TOC_{wb-tit} = -0,348 + 3,889 \cdot TOC_{humus}$	0,829**
$TOC_y \times TOC_{kj}$	$TOC_y = 0,341 + 2,450 \cdot TOC_{kj}$	0,720**
$TOC_{wb-spek} \times TOC_y$	$TOC_{wb-spek} = 0,457 + 0,666 \cdot TOC_y$	0,712**
$TOC_{dumas} \times TOC_y$	$TOC_{dumas} = 0,433 + 0,652 \cdot TOC_y$	0,707**
$TOC_{wb-tit} \times TOC_y$	$TOC_{wb-tit} = 0,561 + 0,627 \cdot TOC_y$	0,678**
$TOC_y \times TOC_{humus}$	$TOC_y = 0,293 + 3,190 \cdot TOC_{humus}$	0,631**

Çizelge 4.17. Eşli-t testi sonuçları (%TOC)

Yöntemler	t değeri	p değeri	Δ TOC (%)
$TOC_{dumas} - TOC_{wb-tit}$	-3,84	0,000	-0,08**
$TOC_{dumas} - TOC_{wb-spek}$	-6,06	0,000	-0,05**
$TOC_{dumas} - TOC_y$	-3,35	0,001	-0,31**
$TOC_{dumas} - TOC_{kj}$	13,07	0,000	1,09**
$TOC_{dumas} - TOC_{humus}$	12,97	0,000	1,25**
$TOC_{wb-tit} - TOC_{wb-spek}$	1,08	0,282	0,02 ^{öd}
$TOC_{wb-tit} - TOC_y$	-2,42	0,018	-0,24*
$TOC_{wb-tit} - TOC_{kj}$	13,78	0,000	1,17**
$TOC_{wb-tit} - TOC_{humus}$	13,67	0,000	1,32**
$TOC_{wb-spek} - TOC_y$	-2,77	0,007	-0,26**
$TOC_{wb-spek} - TOC_{kj}$	13,46	0,000	1,15**
$TOC_{wb-spek} - TOC_{humus}$	13,30	0,000	1,30**
$TOC_y - TOC_{kj}$	13,72	0,000	1,41**
$TOC_y - TOC_{humus}$	13,96	0,000	1,56**
$TOC_{kj} - TOC_{humus}$	7,80	0,000	0,16**

Çalışmada kullanılan farklı analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen %TOC değerlerinin arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Elde edilen bulgulara göre yöntemler arasında önemli ilişkiler bulunmaktadır. Bu bağlamda TOC_{dumas} ile bulunan %TOC değerleri ile $TOC_{wb-spek}$ yönteminin uygulanması sonucunda bulunan değerlerin birbirine son derece yakın görülmektedir (Çizelge 4.16.).

TOC_{dumas} yöntemi uygulandığı bakımından diğer yöntemlere nazaran TOC miktarının belirlenmesi sırasında çok daha seçiciliğe sahip bir analitik yöntem özelliği taşımaktadır. Yöntemin prensibi gereği numune Matrisinden etkilenmeksizin piroliz yoluyla organik madde içerisindeki C elementi belirlenebilmektedir. Bu nedenle söz konusu yöntemle elde edilen sonuçlar günümüzde referans olarak kabul edilmektedir (Raveh and Avnimelech, 1971).

TOC_{dumas} yöntemiyle bulunan %TOC değerleri ile TOC_{wb-tit} yöntemi ve TOC_{wb-spek} yöntemleri ile bulunan %TOC değerleri arasında sırasıyla %0,08 ve %0,05 oranında fark bulunmaktadır. TOC_{wb-tit} ve TOC_{wb-spek} yöntemleri ile elde edilen %TOC değerleri arasında ise istatistiki yönden önemsiz bulunan %0,02 oranında fark bulunmaktadır. Yani doğrudan TOC miktarının belirlediği yöntemler arasında %TOC değerleri arasında farklar olmasına karşın bu yöntemlerin temel olarak aynı büyüklük sınıflarında %TOC değerleri ürettiği düşünülmektedir. Ayrıntılı olarak sonuçlar arasındaki farkların sebebine yönelik bakıldığında; TOC_{wb-tit} yönteminin uygulanması sırasında FeSO₄ çözeltisi ile gerçekleştirilen titrasyon sırasında titrasyon renk dönüm noktasının belirlenmesi insanı hataya açık olması ve titrasyon işleminin zaman alması dolayısıyla insanı kaynaklı hatalara açık bir prosedür olarak karşımıza çıkmakta ve titrasyon noktasının düzgün olarak belirlenememesi nedeniyle tesadüfi hataların ortaya çıkmasına neden olabilmektedir (Raveh and Avnimelech, 1972). TOC_{wb-spek} yönteminde ise TOC_{wb-tit} yönteminde olduğu gibi redoks belirteci varlığında bir titrasyon gerçekleştirilmemekte hem de titrasyon renk dönüm noktasından kaynaklanan hatalardan uzak durulduğu düşünülmektedir.

Çalışmada elde edilen %TOC analiz sonuçları ışığında uygulanan farklı kantitatif TOC belirleme yöntemleri ile elde edilen sonuçlar incelendiğinde; TOC_{wb-tit} ve TOC_{wb-spek} yöntemleri ile elde edilen %TOC sonuçlarına ait elde edilen ortalama değerlerin birbirine son derece yakın oldukları ve aralarında son derece yakın korelasyonların olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.17. ve Çizelge 4.18.). Söz konusu iki yöntem ile elde edilen sonuçlar kendi aralarında değerlendirildiğinde; TOC_{wb-tit} yönteminde dikromat yükseltgenmesi reaksiyonu esasına göre gerçekleşen analiz sırasında uygulanan analiz aşamalarında birçok analitik safha bulunmakta ve bu safhaların tamamı insan tarafından gerçekleştirilmektedir. TOC_{wb-tit} yönteminde FeSO₄ çözeltisi ile gerçekleştirilen ve redoks belirteci kullanılarak gerçekleştirilen titrasyon sırasında redoks belirtecinin uygulanan TOC_{wb-tit} yöntemi aşamalarında ortaya çıkan ve toprak örneklerinin özelliklerinden kaynaklanan ve uygulanan titrasyon aşamasında titrasyon renk

dönüm noktasının bir miktar ileriye kaymasına yol açabilecek ve toprak örneğinin matriksinden kaynaklanmak suretiyle redoks belirtecini etkileyebilecek interferansların olabileceği bu nedenle de $\text{TOC}_{\text{wb-tit}}$ yöntemi ile elde edilen %TOC değerlerinin $\text{TOC}_{\text{wb-spek}}$ yöntemine göre bir miktar fazla bulunması makul görünmektedir.

TOC_y yöntemiyle elde edilen sonuçlar $\text{TOC}_{\text{dumas}}$, $\text{TOC}_{\text{wb-tit}}$ ve $\text{TOC}_{\text{wb-spek}}$ yöntemleri ile bulunan sonuçlar ile karşılaştırıldığında; TOC_y yönteminin her üç yöneme nazaran daha yüksek değerler ürettiği, bunun toprak örneklerinin içerdiği kil minerallerinin strüktürel hidrolizi sonucunda içinde bulunan H_2O 'nun kül fırınında yakma sırasında uygulanan 500°C 'deki sıcaklık sonucunda buharlaşmakta olduğu (Gallardo et al., 2007) bu sebeple TOC_y yönteminin uygulanmasının diğer yöntemler ile elde edilen sonuçlara kıyasla pozitif sonuçlara yol açtığı düşünülmektedir.

Toprakların C/N oranları 8 ile 17 arasında farklılıklar gösterebilmektedir (Alistair, 1979; Qader et al., 2017). Toprakların toplam azot içerikleri ile organik madde değerleri arasında ortalama 12,5 katlık oranda ilişki bulunmaktadır. Toprakta bulunan organik maddenin yaklaşık %58'inin C'den meydana gelmektedir. Ortalama 12,5 olan C/N değeri organik madde/N değerine çevrildiğinde söz konusu oranın ortalama 21,55 olduğu bununda genel kullanımda toplam azot içeriklerinin belirlenmesi sonucunda elde edilen %toplam azot değeri 20 katsayısı ile çarpıldığında elde edilen değer %organik madde değerine eşit olduğu kabul edilmektedir. Bu çerçevede çalışmada elde edilen toplam azot değerleri 20 katsayısı ile çarpılmış ve elde edilen değer organik madde değerinin %58'inin C olduğu varsayılarak söz konusu yöneme ait %TOC sonucu hesaplanmıştır. $\text{TOC}_{\text{dumas}}$ ve TN_{kj} yönteminin uygulanması sonucunda elde edilen sonuçlar incelendiğinde; elde edilen toplam azot değerlerinden yararlanılarak elde edilen dolaylı %TOC değerlerinin arasında 2,47 kat oranında fark olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuç çok ilginç bulunmuştur. Çalışmanın gerçekleştirildiği ve çekirdeksiz kuru üzüm üretiminin yapıldığı alüvyon alanlardan alınan toprak örneklerinin C/N oranlarının varsayıldığı üzere ortalama 12,5 olmadığı (8-17), aslında çalışmanın yürütüldüğü alanlar için söz konusu oranın $\text{TOC}_{\text{dumas}}$ yöntemi ile edilen değerlerin ortalamasına göre değerlendirildiğinde C/N oranının ~25 olduğu aynı oranın organik madde/N değerine çevrildiğinde ~44 olduğu tespit edilmiştir⁸. Elde edilen sonuçlar çerçevesinde çalışma alanında

⁸ $\% \text{TOC}_{\text{dumas}} / \% \text{TN}_{\text{dumas}} = 1,83 / 0,072 = 25,41$ olarak bulunmaktadır. Aynı veriler kullanılarak sonuç organik madde/N olarak yazılmak istendiğinde ise sonuç; $3,15 / 0,072 = 43,75$ olarak bulunmaktadır.;

bulunan toprakların C/N oranının literatürde karşılaşılan değerlerden daha yüksek olduğu bununda söz konusu alanlarda yürütülen intensif tarım faaliyetleri sonucunda gerçekleşen ve toprakta biriken organik madde içeriğinin azot içeriğinin varsayılandan daha az veya söz konusu alanlarda birikerek depolanan organik maddenin C içeriğinin düşünülenden daha çok olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Ancak kesin bir yargıya ulaşabilmek için bu konuyla ilgili daha özel çalışmaların yapılması gerektiği kanaati oluşmuştur.

Çalışmada kullanılan ve toprak örnekleri üzerinde uygulanan $\text{TOC}_{\text{humus}}$ yönteminde toprak organik maddesinin bir parçası olan ve 0,1 M $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ve 0,1 M NaOH çözeltileri kullanılmak suretiyle ekstrakte edilen humus bölümü üzerinde dikromat yükseltgenmesi sonrasında $\text{TOC}_{\text{wb-spek}}$ yönteminde olduğu gibi kantitatif olarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar çerçevesinde $\text{TOC}_{\text{humus}}$ yöntemiyle belirlenen değerlerin $\text{TOC}_{\text{dumas}}$, $\text{TOC}_{\text{wb-tit}}$, $\text{TOC}_{\text{wb-spek}}$ ve TOC_y yöntemlerine kıyasla sırasıyla ortalama 3,16, 3,28, 3,24 ve 3,69 kat daha düşük olduğu genel ortalama ise bu farkın 3,34 kat olarak olduğu belirlenmiştir. Bir başka ifadeyle $\text{TOC}_{\text{humus}}$ yöntemiyle belirlenen değerlerin ~%70 oranında daha düşük olarak tespit edildiği görülebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.15.). Sonuçların bu yönde çıkması organik maddenin bir bölümünü oluşturan humusun çalışma alanlarındaki topraklarda organik madde varlığının ~1/3'üne eşdeğer olduğu bu durumda $\text{TOC}_{\text{dumas}}$ ve TN_{kj} yöntemiyle elde edilen değerlerin diğer yöntemlere nazaran daha düşük olmasını açıklamak yönünden değerli bir verinin elde edilmesini sağladığı kanaatine varılmıştır. Hatırlanacağı üzere TN_{kj} yöntemiyle gerçekleştirilerek bulunan toplam azot değeri 20 katsayısı ile çarpılmış ve organik madde değerlerine dönüştürülmüştü, elde edilen sonuçlar çerçevesinde C/N oranının 12,5 yerine 25 olarak alınması durumunda katsayının 20 yerine ~44 olarak kullanılması durumunda TN_{kj} yöntemi ile elde edilen verilerin toprakların organik madde verileri olarak kullanılmasına olanak sağlayabileceği ve çalışmada toprak numunelerinin alanlarda gerçekleştirilecek hesaplamalarda kullanılabileceği düşünülmektedir.

Toprak örneklerinde humusu meydana getiren ve 0,1 M $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ve 0,1 M NaOH çözeltileri kullanılarak ekstrakte edilebilen organik madde fraksiyonlarının ayrılması ve bu fraksiyon üzerinde gerçekleştirilen analizlerin sonucunda aşağıda açıklanmaya çalışılan sonuçlar elde edilmiştir. Humin maddelerin en önemlileri humik asit ve fulvik asit fraksiyonlarıdır. Humik asitlerin genel element içeriklerine bakıldığında; bunların ortalama %56,4 oranında C ve ortalama %4,1 oranında N içerdikleri dolayısıyla C/N oranlarının

~14 olduğu buna karşılık ise fulvik asitlerin ortalama %50,9 oranında C ve ortalama %0,7 oranında N içerdikleri bu nedenle C/N oranlarının ~73 olduğu bildirilmektedir (Schachtschabel et al., 1984). Bu verilerin ışığında; çalışma çerçevesinde alınan toprak örneklerinin organik madde içeriklerinin yaklaşık olarak 1/3'ünü oluşturan humin maddelerin ağırlıklı olarak fulvik asitlerden oluştuğu bu nedenle örneklerin C/N oranlarının 12,5 yerine ~25 olmasının elde edilen veriler çerçevesinde doğru olabileceği TOC_{humus} yöntemiyle gerçekleştirilen analizler sonucunda elde edilen verilerinde yardımıyla düşünülmektedir.

Çalışmada toprak örneklerinde %TOC miktarlarının farklı kantitatif yöntemler uygulanmak suretiyle belirlenmesi sırasında kullanılan yöntemlerin sonucunda elde edilen veriler doğrultusunda; TOC_{dumas} yöntemi günümüzde en güvenilir yöntemlerden birisi olarak kabul edilmektedir. Bu nedenle sağladığı güvenilir analitik sonuçlar yanında analiz hızı açısından en hızlı yöntem olması dolayısıyla tercih edilmesi gereken bir yöntem olarak belirlenmiştir. TOC_{dumas} yöntemi sözü edilen avantajları yanında yatırım maliyeti ve TAM miktarı bakımından en maliyetli yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır (Bkz. Çizelge 4.19.). Bu nedenle genel maliyet dezavantajları nedeniyle uygulanması ve tercih edilebilirliği ölümsüz yönde etkilenmekte ve yöntemin öncelikli olarak öne çıkmasına engel olduğu düşünülmektedir. Yöntemler arasında bulunan $TOC_{wb-spek}$ yönteminin sağladığı analitik avantajlar sayesinde objektif değerlerin elde edilebilmesi nedeniyle tercih edilmesi gereken yöntemlerden öncelikli olarak öne çıktığı, TOC_{wb-tit} ve OM_y yöntemleri ile elde edilen analiz sonuçlarının TOC_{dumas} ve $TOC_{wb-spek}$ yöntemleri ile bulunan sonuçlara göre pozitif sonuçlar üretmelerine rağmen kullanılabileceği, TOC_{wb-tit} ve $TOC_{wb-spek}$ yöntemleri birbiri ile karşılaştırıldığında; $TOC_{wb-spek}$ yönteminin daha az oranda atık ve titrasyon aşamasında oluşabilecek insani hataları içermemesi nedeniyle tercih edilebileceği, TOC_y yönteminin uygulama bakımından en kolay uygulanabilir yöntem olmasına karşın kil minerallerinin yapısında bulunan H_2O 'nun varlığı ve bunun belirlenmesinin zor olması nedeniyle kullanılmasının hatalara yol açabileceği ancak TOC_y yönteminin TOC_{wb-tit} ve $TOC_{wb-spek}$ yöntemlerine göre daha hızlı ve daha kolay gerçekleştirilebilmesi nedeniyle toprak örneklerinin kabul edilebilir bir hata oranıyla %TOC içeriklerinin belirlenmesi ve organik madde içerikleri hakkında bir tahminde bulunulabilmesi yönünden rutinde kullanılabileceği düşünülmektedir.

TOC_{humus} yöntemiyle belirlenen %TOC miktarının toprak örneklerinin verimliliğinin ve toprakların organik madde içeriklerinin nitelik bakımından belirlenmesi için kullanılabileceği ancak söz konusu yöntemin uygulama güçlüğü

ve zaman bakımından dezavantajlar içermesi nedeniyle kullanılmasının yerinde olmayacağı düşünülmektedir. Elde edilen analitik sonuçlar çerçevesinde; TOC_{dumas} yönteminin en güvenilir sonuçları vermekte olduğu bunu $TOC_{wb-spek}$, TOC_{wb-tit} ve kısmen de olsa TOC_y , TOC_{kj} ve TOC_{humus} yöntemleri tarafından izlendiği tespit edilmiştir.

Çalışmanın sonucunda uygulanan farklı TOC belirleme yöntemleri ile bulunan %TOC değerlerinin arasındaki ilişkilerin Bahadori and Tofighi (2015), Browning (1938), Chacon et al. (2002), Jimenez and Ladha (2008), Jolivet et al. (1998), Kamara et al. (2007), Maranhao et al. (2017), Mikhailova et al. (2003), Rhodes et al. (1981), Richardson and Bigler (1982), Sims and Haby (1971) ve Soon and Abboud (1991) tarafından gerçekleştirilen çalışmada bulunan ilişkiler ile benzerlik göstermekte olduğu, toprak örneklerinde bulunan %TOC değerlerinin ise Kılınç (1978), Atalay (1982), Ateş vd. (2016), Çoban vd. (2016) ve Yağmur ve Okur (2018) tarafından bulunan %TOC değerleri ile aynı paralellikte olduğu belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan 6 farklı %TOC analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.18.).

Çizelge 4.18. %TOC analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
TOC_{dumas}	15	7,70	155,15	4,12	0,53	167,50
TOC_{wb-tit}	27,5	14,02	22,93	0,24	0,03	37,22
$TOC_{wb-spek}$	22,5	11,54	22,68	0,25	0,04	34,51
TOC_y	15	7,70	0,00	0,18	0,52	8,40
TN_{kj}	60	30,78	10,18	0,39	1,44	42,79
TOC_{humus}	22,5	11,54	49,96	2,68	1,65	65,83

Toprak örneklerinin farklı %TOC analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları; TOC_{dumas} yönteminin uygulanması neticesinde 167,50 TL, TOC_{wb-tit} yönteminin uygulanması neticesinde 37,22 TL, $TOC_{wb-spek}$ yönteminin uygulanması neticesinde 34,51 TL, TOC_y yönteminin uygulanması neticesinde 8,40 TL, TOC_{kj} yönteminin uygulanması neticesinde 42,79 TL ve TOC_{humus} yönteminin uygulanması neticesinde ise 65,83 TL miktarlarında bulunduğu görülmektedir. Belirlenen TAM miktarları bakımından yöntemlerin $TOC_y < TOC_{wb-spek} < TOC_{wb-tit} < TOC_{kj} < TOC_{humus} < TOC_{dumas}$ olarak sıralandıkları tespit edilmiştir.

Örneklere uygulanan farklı organik C belirleme yöntemleri analiz yöntemlerinin içerdiği prosedürler ve kimyasal reaksiyonlar bakımından farklılıklar içermektedirler. Yöntemlerin uygulanması sırasında oluşan AaS miktarlarının $TOC_{dumas} = TOC_y < TOC_{wb-spek} = TOC_{humus} < TOC_{wb-tit} < TOC_{kj}$ şeklinde olmuştur. TOC_{dumas} ve TOC_y yöntemlerinin uygulanmasında uygulayıcı tarafından gerçekleştirilmesi gereken analiz faaliyetleri çok kısa zamanda tamamlanabilmektedir. TOC_{dumas} ve TOC_y yöntemleri en az işçiliğin kullanıldığı analiz süreleri ile öne çıkmıştır. TOC_{dumas} yönteminde kullanılmakta olan cihaz sistemleri V. Jenerasyon sistem kategorisine girmektedir. Bu nedenle bu sistemlerde personelin analizin gerçekleştirilmesi ve sonucun elde edilmesi için zaman harcamasına gerek duyulmamaktadır. Analizlerde kullanılan bu sistemde numuneler otomatik örnekleyici bölümlerine yüklenmiş ve analizin geri kalanı sistem tarafından bir yazılım ara yüzü tarafından tamamlanmıştır. TOC_y yönteminde ise yöntemin büyük bir kısmı kül fırını içerisinde gerçekleşen yakma işleminden ibaret olması nedeniyle uygulayıcının analiz süresinde harcadığı zamanın da az olduğu bir yöntem özelliği göstermiştir. Her iki yöntemde uygulayıcının ağırlıklı pasif durumda olduğu analiz yöntemlerindendir. TOC_{wb-tit} ve $TOC_{wb-spek}$ yöntemleri temel analiz aşamaları bakımından aynı sürede uygulanmakta olmasına karşın TOC_{wb-tit} yönteminde son aşamada titrasyon işlemi, $TOC_{wb-spek}$ yönteminde ise spektrofotometrede belirleme yapılmaktadır. Spektrofotometrede gerçekleştirilen belirlemeler sırasında titrasyon aşamasından daha az zamana ihtiyaç duyulmaktadır. Bu nedenle söz konusu iki yöntemin AaS miktarları arasında fark meydana gelmektedir. $TOC_{wb-spek}$ ve TOC_{humus} yöntemlerinin AaS miktarları söz konusu yöntemlerin temel aşamaları farklı olmasına rağmen son aşamalarında gerçekleştirilen spektrofotometre aşamalarının aynı olması sebebiyle aynı olmaktadır. Yöntemler arasında en çok AaS miktarına sahip yöntemin TOC_{kj} yöntemi olması üzerinde söz konusu yöntemin analiz aşamalarında uygulayıcının diğer yöntemlere nazaran fazla zaman harcamasından kaynaklanmaktadır. Özellikle destilasyon ve titrasyon aşamalarında harcanan zamanın bu yöntemde özellikle artış gösterdiği bu nedenle de söz konusu yöntemin AaS miktarı yönünden en yüksek yöntem olmasına yol açtığı belirlenmiştir. Yöntemlerin İM miktarları doğrudan AaS miktarları ile ilişkili olduğundan yöntemlerin İM miktarları bu paralelde farklılık göstermiştir (Bkz. Çizelge 4.19.).

Yöntemlerin KMM miktarları incelendiğinde; yöntemlerin $TOC_y < TOC_{kj} < TOC_{wb-spek} < TOC_{wb-tit} < TOC_{humus} < TOC_{dumas}$ şeklinde sıralandıkları görülmektedir. TOC_y yöntemi tamamen numunenin yakılması ve sonrasında gerçekleştirilen gravimetrik bir belirleme yöntemi özelliği göstermesi nedeniyle

hiçbir kimyasal maddenin kullanılmasına gereksinim olmayan bir yöntem özelliği göstermektedir. TOC_{kj} yönteminde kullanılmakta olan kimyasal malzemelerin ortalama birim maliyetlerinin ve analiz için gerekli çözeltilerin derişimlerinin nispeten düşük olması TN_{kj} yönteminin KMM miktarının düşük olmasına yol açmıştır. $TOC_{wb-spek}$, TOC_{wb-tit} ve TOC_{humus} yöntemlerinde yöntemin kantitatif belirleme aşamalarında nispeten aynı kimyasal malzeme ve çözeltilerin kullanılmasına karşın TOC_{humus} yönteminde topraktan humus fraksiyonunun ekstraksiyonu sırasında kullanılan 0,1 M $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ ve 0,1 M NaOH çözelti karışımının hazırlanmasında kullanılan $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ kimyasalının birim maliyetinin⁹ yüksek olması TOC_{humus} yönteminin $TOC_{wb-spek}$ ve TOC_{wb-tit} yöntemlerine nazaran daha yüksek KMM miktarlarının oluşmasına yol açmıştır. 155,15 TL'lik KMM miktarı ile TOC_{dumas} yöntemi karşılaştırılan TOC belirleme yöntemleri arasında en yüksek değer ile KMM miktarı bakımından en maliyetli yöntem olmuştur. TOC_{dumas} yönteminde kullanılan element belirleme sistemleri ve bu sistemlerin analizlerin gerçekleştirilmesi sırasında çok farklı özellik ve miktarlarda kullanılan kimyasal malzemelerin kullanılmasına ihtiyaç duymuştur. Üreticiden üreticiye bazı farklar olmasına rağmen bu sistemlerin kimyasal malzemeleri genellikle ülkemizde bu alanda üretim yapan üreticilerin bulunmaması dolayısıyla ancak ilgili cihaz üreticisinden temin edilebilmiştir. Bu kimyasal maddelerin ithalatçılar tarafından yurtdışından ithal ediliyor olması kimyasal maliyetlerinin yükselmesine yol açan bir faktör olarak uygulamalar sırasında karşımıza çıkmıştır (Bkz. Çizelge 4.18.).

TOC analiz yöntemleri AM miktarları bakımından sıralandığında; $TOC_y < TOC_{wb-tit} < TOC_{wb-spek} = TOC_{humus} < TOC_{kj} < TOC_{dumas}$ yöntemi şeklinde sıralanmakta oldukları belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.19.). Burada en düşük AM miktarı ile TOC_y yöntemi olmuştur. Bunun nedeni söz konusu yöntemin uygulanmasında kullanılan laboratuvar cihazlarının ortalama yatırım maliyetinin diğer yöntemlerde kullanılan laboratuvar cihazlarına göre nispeten daha düşük olmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. TOC_{dumas} yöntemde diğer yöntemlerde kullanılan cihazlara nazaran yüksek yatırım maliyeti gerektiren bir sistem kullanılmaktadır. Bu durum nedeniyle AM miktarı bakımından TOC_{dumas} yöntemi 4,12 TL değeri ile en yüksek AM miktarına sahip yöntem olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.18.).

Çizelge 4.18.'da elde edilen veriler incelendiğinde; Analizlerde kullanılan TOC analiz yöntemlerinin gerçekleştirilmesi sırasında harcanan enerjinin EM

⁹ 0,81 TL/gr

miktarının, TOC_{wb-tit} yöntemi için 0,03 TL ile en düşük, bu yöntemi 0,05 TL EM miktarı ile $TOC_{wb-spek}$ izlediği görülmektedir. Söz konusu iki yöntemi 0,52 TL'lik EM miktarı ile TOC_y yöntemi, 1,44 TL EM miktarı ile TOC_{dumas} yöntemi ve en yüksek EM miktarı ile TOC_{humus} yönteminin izlediği belirlenmiştir. TOC_{humus} yönteminin EM miktarı bakımından en yüksek yöntem olması üzerinde yöntemin uygulanışı sırasında 18 saat süreyle gerçekleştirilen çalkalama işlemi etkin olmuştur. TOC_{wb-tit} ve $TOC_{wb-spek}$ yöntemlerine ait EM miktarları birbirine son derece yakın gerçekleşmiştir. Bu durum $TOC_{wb-spek}$ yönteminin uygulanması sırasında kullanılan spektrofotometre cihazının kullanım süresinin ortalama 5 dakika dolayısıyla EM miktarının çok düşük olmasından kaynaklanmaktadır¹⁰. TOC_y yönteminde kullanılan kül fırını ve TOC_{dumas} yönteminde kullanılan yakma kolonu ayarlanan değerlerde sabit sıcaklıkta çalışmaları gerektiği için bu sıcaklık değerlerine ulaştıktan sonra daha az enerji tüketmektedirler¹¹. Ayrıca TOC_{dumas} yöntemindeki toplam analiz süresi ortalama 10 dk sürmektedir. Bu durum TOC_{dumas} yönteminde birim numune adedi için harcanan EM miktarının az olmasına yol açmıştır. TN_{kj} yönteminde ise numunelerin ortalama 2,5 saat süren bir yakma işleminden geçirilmesi ve ardından yapısında buhar jeneratörü bulunduran bir destilasyon cihazı ile destile edilmesi gerekmektedir. TOC_{kj} yönteminde özellikle destilasyon sırasında ihtiyaç duyulan buharın elde edilebilmesi için diğer yöntemlere nazaran çok daha fazla enerji tüketilmesi gerekmektedir. Bu nedenle TOC_{kj} yönteminin uygulanmasında tüketilen ortalama toplam enerji miktarı dolayısıyla EM miktarı diğer yöntemlere nazaran daha fazla olmuştur (Bkz. Çizelge 4.18.).

Çalışmada analitik sonuçları bakımından değerlendirilen farklı %TOC belirleme yöntemlerinin TAM miktarları bakımından da incelenmesi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar çerçevesinde; tecrübeli personelin bulunması durumunda TOC_{wb-tit} yönteminin kullanılabileceği, daha az atık oluşturması sebebiyle $TOC_{wb-spek}$ yönteminin kullanılabileceği, rutinde en ekonomik şekilde TOC miktarının belirlenmesi için TOC_y yönteminin ideal olduğu düşünülmektedir. TOC_{kj} yönteminin uygulanması ile %TOC belirlemelerinin yapılması önünde herhangi bir engel olmadığı, özellikle toprak örneklerinde %toplam azot belirlemeleri için kullanılan Kjeldahl yöntemi uygulanarak gerçekleştirilen yöntemin kullanılması durumunda aynı örnekte %toplam azot belirlemesinin de yapılması nedeniyle

¹⁰ 5 dakikalık spektrofotometre kullanımı; 0,01 TL/ 10 örnek AM miktarı ve 0,01 TL/10 örnek EM miktarı oluşturmaktadır.

¹¹ Kül fırını 600 °C'ye ayarlanmaktadır. Kül fırını bu sıcaklığa çıkmak için başlangıçta çok enerji kullanmakta ancak ayarlanan sıcaklığa ulaşıldıktan sonra enerji tüketimi son derece azalmaktadır. Kül fırını için geçerli olan bu durum TOC_{dumas} yönteminde kullanılan cihaz içinde bulunan yakma ve redüksiyon kolonları içinde geçerli olmaktadır.

yönteme ait bulunan TAM miktarının 42,79 TL/ 10 örnek değerinden 21,40 TL/ 10 örnek miktarına düşmesi nedeniyle kullanılabileceği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.19.). TOC_{kj} yönteminin uygulanması sonucunda bulunan %TOC değerinin çalışmada bulunan regresyon denklemleri yardımıyla doğrudan TOC belirlemelerinin yapıldığı yöntemler ile bulunabilecek %TOC değerlerine çevrilmesi mümkün olduğundan dolayı avantajlı bir yöntem olarak öne çıktığı düşünülmektedir. Araştırmada elde edilen analitik veriler çerçevesinde araştırmamanın toprak örneklerinin alındığı bölgelerde bulunan ve çekirdeksiz kuru üzüm yetiştiriciliğinin yapıldığı bölgelerden alınan toprak örneklerinde çalışmada uygulanan hangi yöntem olursa olsun bulunan değerler elde edilen bulgular çerçevesinde kullanılacak regresyon denklemleri yardımıyla bir başka değere yüksek bir başarı oranıyla dönüştürülebileceği düşünülmektedir.

4.1.5. Tekstür (Bünye):

Çalışmada toprak örneklerinin tanecik dağılımlarının belirlenmesi maksadıyla Bouyoucos yöntemi (T_b) ve Pipet yöntemi (T_p) kullanılmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.19. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 4.19. Tekstür (Bünye) analiz sonuçları (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
T _b -kil	7,04	39,04	16,53	8,50
T _p -kil	7,56	39,66	17,07	8,50
T _b -mil	6,44	62,36	30,72	11,90
T _p -mil	5,98	63,11	30,61	11,85
T _b -kum	20,60	82,52	52,76	15,58
T _p -kum	20,49	82,56	52,33	15,54

Çalışmada elde edilen sonuçlara göre toprak örneklerinin %kil içerikleri T_b yöntemiyle %7,04-39,04, T_p yöntemiyle %7,56-39,66 arasında, %mil içeriklerinin T_b yöntemiyle %6,44-62,36, T_p yöntemiyle %5,98-63,11 arasında ve %kum içeriklerinin ise T_b yöntemiyle %20,60-82,52, T_p yöntemiyle %20,49-82,56 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Uygulanan tekstür belirleme yöntemleri ile belirlenen ortalama %kil değerlerinin T_b-kil < T_p-kil, %mil değerlerinin T_p-mil < T_b-mil ve %kum değerlerinin T_p-kum < T_b-kum şeklinde olduğu tespit edilmiştir.

T_b yöntemiyle bulunan %kil, mil ve kum değerlerinin referans değerler olarak kabul edildiğinde T_p yöntemiyle bulunan %kil, mil ve mil değerlerinin

aralarında oluşan $\% \Delta$ istatistiki yönden önemsiz düzeyde düşük bulunduğu belirlenmiştir.¹²

T_b yöntemi ve T_p yöntemiyle belirlenen $\%kil$, $\%mil$ ve $\%kum$ değerleri arasında ilişkiler incelenmiş ve sonuçlar doğrultusunda önemli ilişkiler bulunmuştur. Veriler doğrultusunda en yüksek ilişki T_{b-kil} X T_{p-kil} fraksiyonları arasında en düşük ilişki ise T_{b-mil} X T_{p-mil} fraksiyonları arasında belirlenmiştir.

Çizelge 4.20. Tekstür analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
T_{b-kil} X T_{p-kil}	$T_{b-kil} = -0,521 + 0,999 \cdot T_{p-kil}$	0,999**
T_{b-mil} X T_{p-mil}	$T_{b-mil} = 0,081 + 1,001 \cdot T_{p-mil}$	0,997**
T_{b-kum} X T_{p-kum}	$T_{b-kum} = 0,404 + 1,001 \cdot T_{p-kum}$	0,998**

Farklı tekstür analiz yöntemleri uygulanarak bulunan $\%kum$, $\%kil$ ve $\%mil$ değerleri arasında bulunan farklarının önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.21.).

Çizelge 4.21. Eşli-t testi sonuçları ($\%kum$, $\%kil$ ve $\%mil$)

Yöntemler	t değeri	p değeri	Δ kil, mil, kum
$T_{b-kil} - T_{p-kil}$	-18,425	0,400	-0,54 ^{0d}
$T_{b-mil} - T_{p-mil}$	0,971	0,335	0,11 ^{0d}
$T_{b-kum} - T_{p-kum}$	3,669	0,986	0,43 ^{0d}

Çalışmada Bouyoucos (T_b) ve Pipet yöntemleri (T_p) kullanılarak toprak örneklerinin $\%kil$, $\%mil$ ve $\%kum$ içerikleri kantitatif olarak belirlenmiştir. 2 yöntemin uygulanması sonucunda bulunan tanecik dağılımları değerleri bünye üçgenine göre değerlendirilmiş ve toprak örneklerinin bünye sınıfları tespit edilmiştir. 68 toprak örneğinin tekstür analizlerine¹³ dayanan bünye sınıflarının işba yöntemi ile belirlenen bünye sınıfları ile karşılaştırıldığında; İşba yöntemine göre kumlu bünye sınıfı içerisinde yer alan 8 adet örneğin değerlendirmesi tekstür analizlerine göre yapıldığında söz konusu 8 numunenin 5 adedi tınlı-kum, 3 adedi

¹² $\% \Delta$ miktarı istatistiki yönden önemsiz çıktığı ve düşük olduğu için değerler arasındaki mevcut durum grafik olarak gösterilmemiştir. İlerleyen bölümlerde değerler arasında istatistiki yönden önemli bir fark bulunmaması durumunda grafik oluşturulmayacaktır.

¹³ Çalışmada numunelere uygulanan T_b ve T_p tekstür analiz yöntemleri ile elde edilen $\%kum$, $\%kil$ ve $\%mil$ değerlerinden yararlanılarak bünye üçgeni yardımıyla belirlenen bünye sınıfları aynı numuneler arasında farklılık göstermemiş bu nedenle metinde genel olarak tekstür analizleri olarak ifade edilmiştir.

kumlu-tın bünye sınıfında yer aldığı, işba yöntemine göre tınlı bünye sınıfında yer alan 38 adet örneğin değerlendirmesi tekstür analizlerinde elde edilen tanecik dağılım oranlarına göre değerlendirildiğinde; Söz konusu 38 numunenin 7 adedi tın, 3 adedi kumlu-killi-tın, 27 adedi kumlu-tın ve 1 adedinin milli-tın bünye sınıfı içerisinde yer aldığı, işba yöntemine göre killi-tın bünye sınıfı içerisinde yer alan 19 adet örneğin değerlendirmesi tekstür analizlerine göre yapıldığında; Söz konusu 19 numunenin 7 adedi tın, 4 adedi milli-tın, 1 adedi kumlu-killi-tın ve 7 adedi killi-tın bünye sınıfı içerisinde yer aldığı, işba yöntemine göre killi bünye sınıfı içerisinde yer alan 3 adet örneğin değerlendirmesi tekstür analizlerine göre yapıldığında; Söz konusu 3 numunenin 1 adedi killi-tın ve 1 adedi de milli-tın ve 1 adedinin kumlu-killi-tın bünye sınıfı içerisinde yer aldığı belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar çerçevesinde $T_{işba}$ yöntemiyle belirlenmiş olan bünye sınıflarının tekstür analizlerinin uygulanması sonucunda elde edilen tane büyüklüğü dağılımı değerleri kullanılarak bünye üçgeni kullanılarak bulunan bünye sınıfları ile genel olarak uyumlu olduğu belirlenmiştir.

Araştırmada iki farklı tekstür analiz yöntemiyle bulunan %kum, kil ve mil değerleri arasındaki ilişkilerin Bouyoucos (1934), Elfaki et al. (2016), Kettler et al. (2001), Hellman and McKelvey (1941), Lawal el al. (2013) ve Liu et al. (1966) tarafından yapılan benzer çalışmalarda elde edilen bulgular ile benzerlik içinde bulunduğu, çalışmada kullanılan toprak örneklerinin alındığı alanlarda Çoban vd. (2016), Ateş vd. (2016) ve Yağmur ve Okur (2018) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan %kum, kil ve mil değerleri ile aynı değerler aralığı miktarları içerisinde bulunduğu belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan 3 farklı analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.22.).

Çizelge 4.22. Tekstür (Bünye) analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
T_b	187,5	96,19	6,84	0,02	0,09	103,14
T_p	210	107,73	7,45	2,89	1,99	120,06
$T_{işba}$	70	35,91	0,00	0,00	0,00	35,91

Toprak örneklerinin farklı Tekstür (Bünye) analiz yöntemlerinin uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları incelendiğinde; T_b yönteminin uygulanması sonucunda 103,14 TL, T_p yönteminin uygulanması

sonucunda 120,06 TL ve $T_{i\text{şba}}$ yönteminin uygulanması sonucunda ise 35,91 TL bulunduğu görülmektedir. Belirlenen TAM miktarları bakımından yöntemlerin $T_{i\text{şba}} < T_b < T_p$ olarak sıralandıkları belirlenmiştir.

Kullanılan yöntemler uygulanış prosedürleri bakımından son derece farklı aşamalar içermektedirler. Analizlerin gerçekleştirilmesi esnasında analiz yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan AaS miktarları incelendiğinde; T_p yönteminin 210 dk'lık AaS miktarıyla en fazla sürede gerçekleştirilebildiği buna karşın $T_{i\text{şba}}$ yönteminin ise 60 dk'lık AaS miktarı ile süre gereksiniminin en az olan yöntem olduğu görülmektedir. T_b yöntemi ile T_p yöntemi arasında ortalama 22,5 dakika zaman farkı oluşmuştur. Bu fark her iki yöntemde örneklerin dispersiyonu safhasına kadar aynı analiz süreçlerinden geçmesine rağmen T_p yönteminin T_b yönteminden farklı olarak fraksiyonların belirlenmesinde eleme, pipetleme ve gravimetrik analiz aşamalarını barındırmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. T_b yönteminde uygulanan hidrometre okumalarından sonra direkt olarak hesaplama aşamasına geçilebilmekte ve analiz sonuçlandırılmaktadır. T_p yönteminde ise iç içe geçmiş ve sıralı devam ettirilmek zorunda olan eleme, pipetleme, kurutma ve tartım işlemleri yapılmak zorundadır. Bu nedenle her iki yöntemin uygulanması arasında uygulayıcının analizi gerçekleştirmek için harcaması gereken zamanda dolayısıyla AaS miktarında T_p yöntemi lehinde artış oluşmasına neden olmaktadır. $T_{i\text{şba}}$ yöntemi ise diğer iki yöntemle nazaran çok daha kısa sürede tamamlanabilmektedir. Bunun nedeni bu yöntemin yalnızca numunenin satüre hale getirilmesi aşaması olmak üzere tek aşamalı bir analiz yöntemi olmasından kaynaklanmaktadır. Analiz sırasında uygulayıcının harcadığı sürenin ortalama 210 dakika olması dolayısıyla T_p yöntemi 107,73 TL ile İM miktarı açısından en maliyetli, $T_{i\text{şba}}$ yöntemi ise İM miktarı bakımından 30,78 TL ile en ekonomik yöntem yapmaktadır (Bkz. Çizelge 4.22.).

T_p yönteminin KMM miktarı 7,45 TL olarak gerçekleşmiştir. Bunu 6,84 TL KMM miktarı ile T_b yönteminin izlediği belirlenmiştir. En düşük KMM miktarı yöntemin uygulanması sırasında herhangi bir kimyasal malzeme kullanılmaması nedeniyle $T_{i\text{şba}}$ yöntemine ait olduğu görülmektedir. T_p yöntemi ile T_b yöntemi arasında ortalama 0,61 TL'lik KMM farkı olduğu belirlenmiştir. Söz konusu farkın nedeni; T_p yönteminde T_b yönteminden farklı olarak Na_2CO_3 ve $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ çözeltilerinin kullanılmış olmasından kaynaklandığı tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.22.).

Yöntemler AM miktarları açısından değerlendirildiğinde; T_p yöntemini dispersiyon işleminde çalkalama, santrifüj ve daha sonraki aşamalarındaki eleme ve sonrasında gerçekleştirilen pipetleme, etüvde kurutma gibi işlem basamaklarını içermesi nedeniyle etüv, yatay eksenli çalkalayıcı, su banyosu ve santrifüj cihazlarının kullanılması gerekmektedir. Bu nedenlerle T_p yöntemi AM miktarı bakımından 2,89 TL ile en maliyeti yöntem olarak belirlenmiştir. Bunu 0,02 TL miktarındaki AM ile T_b yöntemi ve uygulanmasında herhangi bir cihaz kullanılmığı için 0,00 TL'lik AM miktarı ile $T_{ışba}$ yönteminin izlemekte olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.22.).

Araştırmada üç farklı bünye analiz yöntemi analizlerinde bulunan EM miktarlarına bakıldığında; doğal olarak birçok farklı laboratuvar cihazının kullanılması nedeniyle en yüksek EM miktarının 1,99 TL ile T_p yönteminin en düşük EM miktarının ise hiçbir laboratuvar cihazı kullanımının olmadığı $T_{ışba}$ yöntemine ait olduğu tespit edilmiştir. T_b yöntemi analizin gerçekleştirilmesinde yalnızca toprak karıştırma cihazı kullanılması nedeniyle 0,09 TL'lik EM miktarı oluşmuştur (Bkz. Çizelge 4.22.).

Üç farklı bünye belirleme yönteminin TAM miktarları birbirleri ile karşılaştırılmak suretiyle değerlendirildiğinde; yöntemlerin TAM miktarlarının maliyetlerinin $T_{ışba} < T_b < T_p$ olarak sıralandığı ve en yüksek TAM miktarının 120,06 TL ile T_p yöntemine ait olduğu, en düşük TAM miktarının ise 35,91 TL ile $T_{ışba}$ yöntemine ait olduğu görülmektedir.

Araştırmada toprak örneklerinin tekstür analizleri sonucunda toprak örneklerinin bünye sınıflarının belirlenmesi amacıyla uygulanan 3 farklı yöntemin sonucunda elde edilen bulguların yardımıyla kullanılabileceği, T_b ve T_p yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan %kum, %kil ve %mil değerlerinin birbirine çok yakın olduğu ve söz konusu iki yöntemden birisiyle bulunacak %kum, %kil ve %mil değerlerinin çalışmada sunulan regresyon denklemleri yardımıyla birbirlerine hesap yoluyla dönüştürülmesinin mümkün olduğu görülmektedir. T_b ve T_p yöntemleri ile benzer sonuçların elde edilebilmesi için toprak örneklerinin ön işlem basamaklarında uygulanan analiz prosedürlerine uyulması mutlaka gerekmektedir. Aksi takdirde güvenilir sonuçların her iki yöntemle de alınmasının mümkün olmadığı düşünülmektedir.

4.1.6. Toplam Azot (TN)

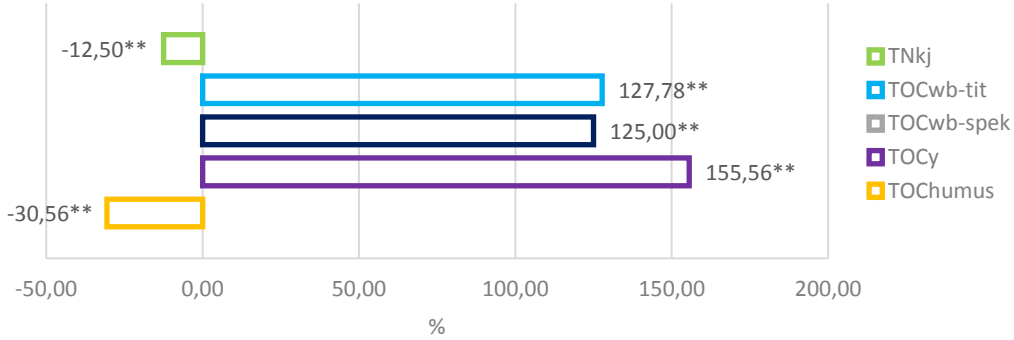
Çalışmada toprak örneklerinin %TN içerikleri 6 farklı analiz yöntemi kullanılarak belirlenmiş ve elde edilen bulgular Çizelge 4.23. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 4.23. %TN analiz sonuçları (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
TN _{dumas}	0,032	0,139	0,072	0,027
TN _{kj}	0,028	0,126	0,063	0,026
TOC _{wb-tit}	0,026	0,348	0,164	0,083
TOC _{wb-spek}	0,032	0,355	0,162	0,084
TOC _y	0,064	0,411	0,184	0,089
TOC _{humus}	0,017	0,103	0,050	0,018

Farklı %TN analiz yöntemlerin uygulanması neticesinde elde edilen %TN değerlerinin; TN_{dumas} yöntemiyle %0,032-0,139, TN_{kj} yöntemiyle %0,028-0,126, TOC_{wb-tit} yöntemiyle %0,026-0,348, TOC_{wb-spek} yöntemiyle %0,032-0,355, TOC_y yöntemiyle %0,064-0,411 ve TOC_{humus} yöntemiyle ise %0,017-0,103 değerleri arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Belirlenen ortalama %TN sonuçlarına göre yöntemler, TOC_{humus} < TN_{kj} < TN_{dumas} < TOC_{wb-spek} < TOC_{wb-tit} < TOC_y şeklinde sıralanmıştır. Bulunan sonuçlara göre en düşük ortalama %TN miktarının TOC_{humus} yöntemiyle, en yüksek ortalama %TN miktarının ise TOC_y yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

TN_{dumas} yöntemiyle elde edilen %TN değerlerinin referans %TN değerleri olarak kabul edildiği durumda, TOC_{wb-tit} yöntemiyle %127,78, TOC_{wb-spek} yöntemiyle %125,00 ve TOC_y yöntemiyle %155,56 oranında daha yüksek, TOC_{humus} yöntemiyle %30,56 ve TN_{kj} yöntemiyle ise %12,50 oranında daha düşük %TN değerlerinin elde edildiği izlenebilmektedir (Bkz. Grafik 4.5.).

Grafik 4.5. TN_{dumas} değerlerine göre % Δ TN

Yöntemler arasındaki ilişkiler incelenmiş; Elde edilen sonuçlara göre yöntemler arasında önemli ilişkilerin bulunduğu belirlenmiştir. bu bağlamda en yüksek ilişki TN_{dumas} X TN_{kj} yöntemleri arasında, en düşük ilişki ise TOC_y X TOC_{humus} yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.24.).

Çizelge 4.24. %TN analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
TN_{dumas} X TN_{kj}	$TN_{dumas} = 0,007 + 1,034 \cdot TN_{kj}$	0,992**
TOC_{wb-tit} X $TOC_{wb-spek}$	$TOC_{wb-tit} = 0,006 + 0,976 \cdot TOC_{wb-spek}$	0,986**
TN_{kj} X $TOC_{wb-spek}$	$TN_{kj} = 0,017 + 0,287 \cdot TOC_{wb-spek}$	0,914**
TN_{dumas} X $TOC_{wb-spek}$	$TN_{dumas} = 0,024 + 0,296 \cdot TOC_{wb-spek}$	0,905**
TN_{kj} X TOC_{wb-tit}	$TN_{kj} = 0,017 + 0,284 \cdot TOC_{wb-tit}$	0,898**
TN_{dumas} X TOC_{wb-tit}	$TN_{dumas} = 0,024 + 0,292 \cdot TOC_{wb-tit}$	0,886**
TN_{kj} X TOC_{humus}	$TN_{kj} = -0,001 + 1,287 \cdot TOC_{humus}$	0,866**
TN_{dumas} X TOC_{humus}	$TN_{dumas} = 0,007 + 1,317 \cdot TOC_{humus}$	0,851**
$TOC_{wb-spek}$ X TOC_{humus}	$TOC_{wb-spek} = -0,035 + 3,940 \cdot TOC_{humus}$	0,831**
TOC_{wb-tit} X TOC_{humus}	$TOC_{wb-tit} = 0,030 + 3,890 \cdot TOC_{humus}$	0,829**
TN_{dumas} X TOC_y	$TN_{dumas} = 0,031 + 0,222 \cdot TOC_y$	0,726**
TN_{kj} X TOC_y	$TN_{kj} = 0,024 + 0,211 \cdot TOC_y$	0,720**
$TOC_{wb-spek}$ X TOC_y	$TOC_{wb-spek} = 0,039 + 0,666 \cdot TOC_y$	0,712**
TOC_{wb-tit} X TOC_y	$TOC_{wb-tit} = 0,048 + 0,628 \cdot TOC_y$	0,678**
TOC_y X TOC_{humus}	$TOC_y = 0,024 + 3,203 \cdot TOC_{humus}$	0,632**

Çizelge 4.25. Eşli-t testi sonuçları (%TN)

Yöntemler	t değeri	p değeri	Δ TN
TN _{dumas} - TN _{kj}	21,149	0,000	0,009**
TN _{dumas} - TOC _{wb-tit}	-12,624	0,000	-0,092**
TN _{dumas} - TOC _{wb-spek}	-12,366	0,000	-0,090**
TN _{dumas} - TOC _y	-12,843	0,000	-0,112**
TN _{dumas} - TOC _{humus}	11,958	0,000	0,022**
TN _{kj} - TOC _{wb-tit}	-13,751	0,000	-0,101**
TN _{kj} - TOC _{wb-spek}	-13,459	0,000	-0,099*
TN _{kj} - TOC _y	-13,720	0,000	-0,121**
TN _{kj} - TOC _{humus}	7,889	0,000	0,013**
TOC _{wb-tit} - TOC _{wb-spek}	1,049	0,298	0,002 ^{öd}
TOC _{wb-tit} - TOC _y	-2,422	0,018	-0,020*
TOC _{wb-tit} - TOC _{humus}	13,662	0,000	0,114**
TOC _{wb-spek} - TOC _y	-2,768	0,007	-0,022**
TOC _{wb-spek} - TOC _{humus}	13,302	0,000	0,112**
TOC _y - TOC _{humus}	13,976	0,000	0,134**

Yöntemler arasında bulunan farkların (TOC_{wb-tit} - TOC_{wb-spek} hariç) istatistiki yönden (%95-%99) önemli bulunduğu görülmektedir (Çizelge 4.25.).

Toprak örneklerinde toplam % organik karbon dolayısı ile % organik madde belirlemelerinde daha önceki bölümlerde bahsedildiği üzere %TOC analiz yöntemleri kullanılmış ve söz konusu yöntemler ile elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir. Toprak örneklerinin %TN miktarlarının doğrudan belirlenmesine yönelik olarak çalışmada 2 farklı yöntem kullanılmıştır. Bunlar; TN_{dumas} ve TN_{kj} yöntemleridir. TN_{dumas} yöntemi Dumas yakma yönteminin uygulandığı ve V. Jenerasyon cihaz sistemlerinin kullanılarak gerçekleştirilmekte olduğu bir yöntemdir. TN_{kj} yöntem esası ise Kjeldahl yöntemine dayanmaktadır. Son yıllarda gerçekleştirilen çalışmalarda özellikle toprak örneklerinin toplam N elementi içerikleri yanında organik C elementi içeriklerinin belirlenmesi de önem kazanmakta ve uygulanmaktadır. TN_{dumas} yöntemi bu açıdan bakıldığında aynı toprak numunesi içerisinde N ve C elementleri aynı anda belirlenmek istendiğinde avantajları nedeniyle öne çıkan bir yöntem olmaktadır. Dumas sistemleri ayrıca N belirlemeleri sırasında C belirlemelerinde olduğu gibi en güvenilir ve dolayısıyla referans yöntemler olarak kabul edilmektedir. Ancak uygulamaya bakıldığında günümüzde halen standart TN_{kj} yönteminin ağırlıklı olarak kullanılmaya devam ettiği de unutulmamalıdır. Toprak örneklerinde verimlilik analizleri sırasında sıklıkla uygulanmakta olan %TOC miktarı belirlemeleri sonucunda elde edilen sonuçlar yardımıyla toprak örneklerinin %TN miktarlarının öngörülebilmesi uygulamada eşsiz avantajlar sağlayacaktır. Bir toprak örneğinde yalnızca %TOC miktarının belirlenmesi yoluyla %TN içeriğinin bilinmesi veya tam tersi hem ekonomik açıdan hem de zaman açısından son derece büyük avantajlar

sağlayacaktır. Bu çerçevede çalışmada toprak örneklerinde doğrudan yöntemler kullanılarak belirlenen %TN değerleri ile %TOC analizleri sonucunda bulunan değerlerden yola çıkılarak örneklerin %TN değerleri hesap yoluyla bulunmuş ve çalışmada uygulanan doğrudan N belirleme yöntemlerinden elde edilen sonuçlar ile karşılaştırılmıştır.

TN_{dumas} ve TN_{kj} yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan sonuçlar arasındaki farkın $\Delta[0,009]$ olduğu ve söz konusu farkın istatistiki yönden anlamlı bir farka karşılık geldiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.26.). Söz konusu %TN miktarındaki %0,009'luk farkın TN_{kj} yönteminde uygulanan yöntemin toprakta bulunan NO₃⁻ ve NO₂⁻ iyonlarının yöntemin yakma sırasında yeterince NH₄⁺ iyonları şeklinde dönüştürülememesinden dolayı kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir (Dalai et al., 1984; Bremner, 1965; Hauck, 1919). TN_{dumas} yönteminde ise piroliz yoluyla yüksek sıcaklıkta ısıya maruz kalan numunenin içerisinde bulunan azot bileşiklerinin tamamının yükseltgenmesi sonucunda takip eden aşamalarda N₂'ye indirgenerek kayıpsız olarak belirlenebildiği yapılan CRM çalışması ile belirlenmiştir (Jimenez and Ladha, 1993; Matejovic, 1993; McGeehan and Naylor, 1988). Çalışmada kullanılan toprak örnekleri sonuçlarında TN_{dumas} yönteminin TN_{kj} yöntemine nazaran bir miktar pozitif sonuçlara ulaşılması bu açıdan normal karşılanmıştır. Toprakların Organik madde içerikleri ile TOC ve TN içeriklerinin ilişkili olduğu bilinmektedir. TOC_{wb-tit}, TOC_{wb-spek}, TOC_y ve TOC_{humus} yöntemleri ile bulunan %TOC değerlerinden faydalanılarak elde edilen %TN miktarları ile TN_{dumas} ve TN_{kj} yöntemleri ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişki düzeylerinin neticesinde bir toprak numunesinde %TOC analizi verisi yardımıyla %TN değerlerinin tahmin edilmesinin mümkün olduğu ve çalışmada Çizelge 4.25.'de verilen regresyon denklemleri yardımıyla bunun çalışmanın yürütüldüğü bölgelerde bağ yetiştiriciliğinin yapıldığı bölgelerde %TOC yöntemleri ile elde edilen veriler yardımıyla toprak örneklerinin %TN miktarlarının öngörülebileceği görülmektedir.

Araştırmanın sonucunda farklı doğrudan ve dolaylı toplam azot belirleme yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan %TN değerleri arasındaki ilişkilerin Jimenez and Ladha (1993), McGeehan and Naylor (1988), Oxenham et al. (1983), Yeomans and Bremner (1991), Pereira et al. (2006), Perez et al. (2001), ve Craft et al. (1991) tarafından bulunan sonular ile benzerlik gösterdiği, örnekleme alanlarından alınan örneklerin içerdiği %TN miktarlarının ise Ateş vd. (2016), Yağmur ve Okur (2018), Arat (1973) ve Çolakoğlu (1977) tarafından aynı

bölgelerde gerçekleştirilen çalışmalarda bildirdikleri %TN değerleri ile paralellik içerisinde bulunduğu tespit edilmiştir.

Çalışmada kullanılan 6 farklı %TN analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.26.).

Çizelge 4.26. %TN analiz yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
TN _{dumas}	15	7,70	155,15	4,12	0,53	167,50
TN _{kj}	60	30,78	10,18	0,39	1,44	42,79
TOC _{wb-tit}	27,5	14,02	22,93	0,24	0,03	37,22
TOC _{wb-spek}	22,5	11,54	22,68	0,25	0,04	34,51
TOC _y	15	7,70	0,00	0,18	0,52	8,40
TOC _{humus}	22,5	11,54	49,96	2,68	1,65	65,83

TN_{dumas} yönteminin uygulanması sonucunda 167,50 TL, TN_{kj} yönteminin uygulanması sonucunda 42,79 TL, TOC_{wb-tit} yönteminin uygulanması sonucunda 37,22 TL, TOC_{wb-spek} yönteminin uygulanması sonucunda 39,41 TL, TOC_y yönteminin uygulanması sonucunda 8,40 TL ve TOC_{humus} yönteminin uygulanması sonucunda ise 66,96 TL miktarlarında tespit edildiği izlenmektedir. Tespit edilen TAM miktarları bakımından yöntemlerin TOC_y < TOC_{wb-tit} < TOC_{wb-spek} < TN_{kj} < TOC_{humus} < TOC_{dumas} olacak şekilde sıralandıkları belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan yöntemlere ait TAM miktarlarına ait veriler Çizelge 4.26.'da verilmiştir. Yöntemlerin uygulanmaları sırasında oluşan TAM değerleri ile ayrıntılı bilgi Bölüm 4.4.'te ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Bu bölümde TOC_{dumas} yöntemiyle gerçekleştirilen C elementi belirlemesi sırasında aynı zamanda N elementi belirlemesi gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle TOC_{dumas} yöntemiyle C elementi belirlenmesinde meydana gelen TAM miktarı ile TN_{dumas} yönteminde meydana gelen TAM miktarları aynı olmaktadır. Yöntemler TAM miktarları bakımından TOC_y < TOC_{wb-tit} < TOC_{wb-spek} < TN_{kj} < TOC_{humus} < TN_{dumas} olarak sıralanmışlardır. En maliyetli yöntem TN_{dumas} ve en ekonomik yöntem ise TOC_y yöntemi olarak tespit edilmiştir. Doğrudan N elementi belirlemeleri için kullanılan nicel yöntemlerin TAM maliyetleri arasında ise $TN_{dumas}/TAM - TN_{kj}/TAM = 167,50 - 42,79 = 124,71$ TL/10 örnek fark belirlenmiştir. Dumas yöntemiyle yalnızca N belirlenmek istendiğinde bu maliyet Kjeldahl yönteminin uygulanması ile meydana gelen TAM miktarına göre son derece maliyetli bir yöntem olmaktadır. Ancak Dumas yöntemiyle C ve N toprak numunelerinde aynı anda belirlenmek istendiğinde, TN_{dumas} yönteminin TAM miktarı yarı yarıya düşmektedir. Bu

durumda $TN_{dumas}/TAM - TN_{kj}/TAM = 83,75 - 42,79 = 40,96$ TL/10 örnek miktarında bir fark oluşmaktadır. Kjeldahl yöntemi uygulaması sırasında toprak örneğinin analizine başlanmasından sonucun elde edilmesine kadar geçen süre ortalama 3-3,5 saat süre almaktadır.

Dumas yönteminde kullanılan cihaz sistemlerinde ise bu süre yalnızca N belirlendiğinde ortalama 4 dk, N ve C birlikte belirlenmek istendiğinde ortalama 6-8 dk ve eğer C ve N yanında S elementi de belirlenmek istendiğinde 10-12 dk içerisinde analiz sonuçları alınabilmektedir. Dumas yöntemi Kjeldahl yöntemine göre çok daha kolay uygulanabilir ve son derece kolay bir yöntemdir (Perez et al., 2001). Bu noktadan hareketle genel olarak bakıldığında Dumas sistemleri ile toprak numunelerinde özellikle C ve N elementi analizleri birlikte yapıldığında TAM miktarı bakımından yöntemler arasındaki fark azalmakta ve en önemlisi sonuçların elde edilmesi noktasında çok yüksek düzeylere ulaşan zaman avantajları yaşandığı bu nedenle de Kjeldahl yöntemiyle oluşan TAM miktarının kabul edilebilir düzeylere indiği yapılan çalışmada gözlemlenmiştir. Ayrıca Dumas yöntemiyle yapılan analizlerin özellikle numune sayısının artmasına bağlı olarak azalmakta olduğu da gözden kaçırılmamalıdır.

Jimenez and Ladha (1993), 1992 yılında Filipinler'deki maliyetler göz önünde bulundurulduğunda Dumas yönteminin kullanıldığı cihaz ile örneklerde C ve N belirlemeleri sırasında 10 adet toprak örneği için 6,51\$, 40 adet örnek için 2,66\$, 60 adet örnek için 2,44\$, 80 adet için 2,40\$ ve 100 örnek için 2,38\$ seviyelerinde analiz maliyetlerinin oluşmakta olduğunu buna karşın toprak örneklerinde N elementi belirlemeleri için kullanılan Kjeldahl yönteminin örnek başına analiz maliyetinin 2,00\$ (20,00\$/10 örnek) seviyesinde, toprak örneklerinde Walkley-Black yöntemi kullanılarak gerçekleştirilecek C belirlemeleri için bu maliyetin örnek başına 1,50\$ (15,00\$/10 örnek) seviyesinde gerçekleştiğini bildirmektedirler.

4.1.7. NO₃-N:

Toprak örneklerinin NO₃-N içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 3 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.27. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

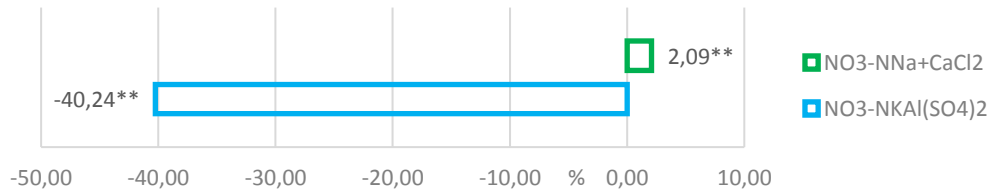
Çizelge 4.27. NO₃-N analiz sonuçları (mg/kg)¹⁴

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
NO ₃ -N _{KCl}	4,82	8,97	6,71	1,11
NO ₃ -N _{Na+CaCl2}	4,92	9,15	6,85	1,13
NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	2,88	5,36	4,01	0,66

Farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan NO₃-N miktarlarının; NO₃-N_{KCl} toprak ekstraksiyon yöntemiyle 4,82-8,97 mg/kg, NO₃-N_{Na+CaCl2} toprak ekstraksiyon yöntemiyle 4,92-9,15 mg/kg ve NO₃-N_{KAl(SO4)2} toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise 2,88-5,36 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Belirlenen ortalama NO₃-N sonuçlarına göre yöntemler, NO₃-N_{KAl(SO4)2} < NO₃-N_{KCl} < NO₃-N_{Na+CaCl2} şeklinde sıralanmıştır. Bulunan sonuçlara göre en düşük ortalama NO₃-N miktarının NO₃-N_{KAl(SO4)2} toprak ekstraksiyon yöntemiyle, en yüksek ortalama NO₃-N miktarının ise NO₃-N_{Na+CaCl2} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

NO₃-N_{KCl} toprak ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen NO₃-N değerlerinin referans NO₃-N değerleri olarak kabul edildiği durumda, NO₃-N_{Na+CaCl2} toprak ekstraksiyon yöntemiyle %2,09 oranında daha yüksek, NO₃-N_{KAl(SO4)2} toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise %40,24 oranında düşük NO₃-N değerlerinin elde edildiği görülmektedir (Grafik 4.6.).

Grafik 4.6. NO₃-N_{KCl} değerlerine göre %Δ NO₃-N



¹⁴ Çizelgede verilen NO₃-N değerleri NO₃-N_{ned} metodu ile bulunan değerlerdir.

Çizelge 4.28. NO₃-N analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
NO ₃ -N _{KCl} X NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	NO ₃ -N _{KCl} = -0,003 + 1,676•NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	0,999**
NO ₃ -N _{Na+CaCl2} X NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	NO ₃ -N _{Na+CaCl2} = -0,001 + 1,709•NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	0,999**
NO ₃ -N _{KCl} X NO ₃ -N _{Na+CaCl2}	NO ₃ -N _{KCl} = -0,002 + 0,980•NO ₃ -N _{Na+CaCl2}	0,999**

Yöntemler arasındaki farkın istatistiki açıdan önemli olduğu (%99) görülmektedir (Çizelge 4.28.).

Çizelge 4.29. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [NO₃-N (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔNO ₃ -N
NO ₃ -N _{KCl} - NO ₃ -N _{Na+CaCl2}	-46,237	0,000	-0,136**
NO ₃ -N _{KCl} - NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	49,435	0,000	2,705**
NO ₃ -N _{Na+CaCl2} - NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	49,479	0,000	2,840**

Çalışmada toprak örneklerine üç farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve her bir ekstraksiyon yöntemi uygulanarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde NO₃-N belirlemeleri için 3 farklı kantitatif analiz metodu uygulanmış ve elde edilen bulgular Çizelge 4.30. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.30. Farklı kantitatif NO₃-N analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif NO ₃ -N Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
NO ₃ -N _{KCl}	NO ₃ -nned	4,78	8,97	6,70	1,11
	NO ₃ -Nasa	4,86	8,96	6,72	1,12
	NO ₃ -Zn210	4,82	8,97	6,71	1,10
NO ₃ -N _{Na+CaCl2}	NO ₃ -nned	4,88	9,17	6,83	1,14
	NO ₃ -Nasa	4,97	9,16	6,86	1,13
	NO ₃ -Zn210	4,92	9,15	6,85	1,13
NO ₃ -N _{KAl(SO4)2}	NO ₃ -nned	2,83	5,32	3,97	0,66
	NO ₃ -Nasa	2,95	5,43	4,07	0,67
	NO ₃ -Zn210	2,86	5,32	3,98	0,66

NO₃-N_{KCl} toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde NO₃-nned kantitatif NO₃-N belirleme metodu kullanılarak 4,78-8,97 mg/kg, NO₃-Nasa metodu kullanılarak 4,86-8,96 mg/kg ve NO₃-Zn210 metodu kullanılarak ise 4,82-8,97 mg/kg arasında değişen NO₃-N miktarları belirlenmiştir. NO₃-N_{Na+CaCl2} toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon

çözeltilerinde $\text{NO}_3\text{-nned}$ kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak 4,88-9,17 mg/kg, $\text{NO}_3\text{-Nasa}$ metodu kullanılarak 4,97-9,16 mg/kg ve $\text{NO}_3\text{-Zn210}$ metodu kullanılarak ise 4,92-9,15 mg/kg arasında değişen $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarları belirlenmiştir. $\text{NO}_3\text{-NKAl(SO}_4)_2$ toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise $\text{NO}_3\text{-nned}$ kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak 2,83-5,32 mg/kg, $\text{NO}_3\text{-Nasa}$ metodu kullanılarak 2,95-5,43 mg/kg ve $\text{NO}_3\text{-Zn210}$ metodu kullanılarak ise 2,86-5,32 mg/kg arasında değişen $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarları belirlenmiştir.

3 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde $\text{NO}_3\text{-nned}$, $\text{NO}_3\text{-Nasa}$ ve $\text{NO}_3\text{-Zn210}$ kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotları kullanılarak bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerleri arasındaki en yüksek ilişki $\text{KAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$ metotları arasında bulunmuştur. En düşük ilişki ise $\text{Na+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$ ve $\text{KAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$ metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.31.).

Çizelge 4.31. Farklı kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$\text{KCl} / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Nasa}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = -0,021 + 0,999 \cdot \text{NO}_3\text{-Nasa}$	0,995**
$\text{KCl} / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Zn210}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = -0,030 + 1,003 \cdot \text{NO}_3\text{-Zn210}$	0,998**
$\text{Na+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Nasa}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = 0,002 + 0,995 \cdot \text{NO}_3\text{-Nasa}$	0,994**
$\text{Na+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Zn210}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = -0,021 + 1,001 \cdot \text{NO}_3\text{-Zn210}$	0,998**
$\text{KAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Nasa}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = -0,010 + 0,978 \cdot \text{NO}_3\text{-Nasa}$	0,994**
$\text{KAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} \times \text{NO}_3\text{-Zn210}$	$\text{NO}_3\text{-nned} = -0,020 + 1,003 \cdot \text{NO}_3\text{-Zn210}$	0,999**

Çizelge 4.32. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [$\text{NO}_3\text{-N}$ (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	$\Delta\text{NO}_3\text{-N}$ (mg/kg)
$\text{NO}_3\text{-NKCl} / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$	-1,764	0,082	-0,027 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NKCl} / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	-1,720	0,090	-0,013 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NKCl} / \text{NO}_3\text{-Nasa} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	1,800	0,076	0,014 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NNa+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$	-1,949	0,055	-0,030 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NNa+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	-2,000	0,070	-0,016 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NNa+CaCl}_2 / \text{NO}_3\text{-Nasa} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	1,592	0,063	0,015 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NKAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$	-1,491	0,099	-0,097 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NKAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-nned} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	-1,799	0,076	-0,008 ^{ad}
$\text{NO}_3\text{-NKAl(SO}_4)_2 / \text{NO}_3\text{-Nasa} - \text{NO}_3\text{-Zn210}$	1,572	0,000	0,089 ^{ad}

Farklı $\text{NO}_3\text{-N}$ ekstraksiyon yönteminin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarı arasındaki istatistiki yönden önemsiz düzeyde bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.32.).

Çizelge 4.28.'de sunulan $\text{NO}_3\text{-N}$ sonuçları incelendiğinde; $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin ortalama $6,71 \text{ mg/kg } \text{NO}_3^- \text{-N}$ içerdiğini, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin ortalama $6,85 \text{ mg/kg } \text{NO}_3^- \text{-N}$ içerdiğini ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin ise ortalama $4,01 \text{ mg/kg } \text{NO}_3^- \text{-N}$ içerdiği görülmektedir. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan değerlerin birbirine paralel düzeyde bulunduğu, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle bulunan $\text{NO}_3^- \text{-N}$ sonuçlarının ise söz konusu iki ekstraksiyon yöntemine nazaran daha düşük olduğu görülmektedir. Söz konusu fark ortalama %59 oranında bulunmuştur. Çizelge 4.29.'da sunulan eşli-t testi verilerine bakıldığında; $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ yöntemleri ile bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerleri ile $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yöntemi ile bulunan $\text{NO}_3^- \text{-N}$ değerleri arasındaki farkın her iki yöntem içinde istatistiki yönden %99 seviyesinde anlamlı olduğu görülmektedir. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ yöntemlerinde çözelti/toprak oranı 10 olup örneklerin çalkalanma süreleri de her iki yöntem için 60 dk uygulanmıştır. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yönteminde ise çözelti/toprak oranı 5 olup numunelerin çalkalanma süresi 25 dakika olarak gerçekleştirilmiştir. $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarı $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yönteminin uygulanması sonucunda diğer yöntemlere kıyasla daha düşük bulunmuştur. Bu durumun $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yönteminde uygulanan 25 dk'lık sürenin toprakta bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarının ekstraksiyonu için yeterli olmadığı, bu durumu üzerinde etkili olan diğer faktöründe çözelti/toprak oranının söz konusu yöntemde diğer yöntemlere kıyasla 2 kat daha düşük olmasında da kaynaklanabileceği, çözelti/toprak oranının düşük olmasının NO_3^- iyonunun kullanılan çözelti içerisinde desorbsiyonu olumsuz yönde etkilemesinin bir sonucu olarak ortaya çıktığı bu nedenle de söz konusu 3 farklı toprak ekstraksiyonu uygulanması ile bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerleri arasında Çizelge 4.32.'de görülebilen farkların oluştuğu ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yöntemi ile bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerlerinin toprak örneklerinde gerçekte bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerlerinin belirlenebilmesinde yetersiz kaldığı düşünülmektedir.

Çalışmada farklı $\text{NO}_3\text{-N}$ ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasıyla bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ değerleri arasındaki ilişkilerin Black and Waring (1978), Norman et al. (1985), Li et al. (2012), Schmidt and Timmermann (1989), Schröer and Timmermann (1989), Becker (1987) ve Kuderna et al. (1992) tarafından gerçekleştirilen çalışmalardakine paralel olarak bulunduğu, farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan farklı kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotları ile bulunan

sonuçlar arasındaki ilişkilerin ise Vendrell and Zupancic (1990), Norman and Stucki (1971), Norman and Stucki (1981), Cawse (1967), Sah (1994), Best (1976), Downes et al. (1978), Sah (1994) ve Norman et al. (1985) tarafından bildirilen ilişkiler ile benzer yönde olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmada kullanılan 3 farklı $\text{NO}_3\text{-N}$ ekstraksiyon yöntemlerinin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.33.).

Çizelge 4.33. $\text{NO}_3\text{-N}$ Ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$	25	12,83	6,12	0,15	0,09	19,19
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$	25	12,83	3,95	0,15	0,09	17,02
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$	25	12,83	0,55	0,06	0,04	13,48

$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ekstraksiyon yöntemi en maliyetli ekstraksiyon yöntemi, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yöntemi ise en ekonomik ekstraksiyon yöntemi olarak belirlenmiştir. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ekstraksiyon yönteminde 2 M KCl çözeltisi kullanılmaktadır. Bu çözeltinin derişimi ve hazırlanışında kullanılan KCl kimyasalının ortalama birim maliyet miktarı diğer yöntemlerde kullanılan çözeltilere nazaran daha fazladır. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ yönteminin en ekonomik yöntem olmasında yöntemde ekstraksiyon için kullanılan $\text{KAl(SO}_4)_2$ çözeltisi derişiminin düşük olması yanında bu yöntemde gerçekleştirilen çalkalama işleminin süresinin 25 dk olması nedeniyle AM ve EM miktarlarının çok az seviyede meydana gelmiş olmasından kaynaklanmıştır. Toprak ekstraksiyon yöntemleri TAM miktarları bakımından karşılaştırıldığında $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} < \text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} < \text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ şeklinde sıralandıkları belirlenmiştir (Çizelge 4.33.).

Çalışmada farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerine geçen $\text{NO}_3\text{-N}$ miktarının kantitatif olarak belirlenmesi için kullanılan metotların maliyet verileri belirlenmiş ve elde edilen TAM miktarları Çizelge 4.34.'de sunulmuştur.

Çizelge 4.34. Kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)

Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{NO}_3\text{-nnd}$	15	7,70	0,73	0,02	0,03	8,48
$\text{NO}_3\text{-Nasa}$	17,5	8,98	3,34	0,33	0,05	12,70
$\text{NO}_3\text{-Zn210}$	22,5	11,54	2,66	0,09	0,04	14,33

Kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotları arasında iki kez spektrofotometrik absorbans okuması içeren $\text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ metodunun İM miktarı bakımından diğer metotlara göre oluşturduğu fark nedeniyle söz konusu yöntem TAM miktarları bakımından en maliyetli metot olmuştur (Bkz. Çizelge 4.34.). Buna karşın $\text{NO}_3\text{-nned}$ yönteminde örneklere uygulanan ön indirgeme ve renklendirme prosedürlerinde gerçekleştirilen fazladan faaliyetlere rağmen bunların uygulanabilirliğinin kolay olması ve söz konusu yöntemin uygulanmasında kullanılan kimyasal maddelerin ekonomikliği birlikte etki ederek metodun TAM miktarının en düşük çıkmasına neden olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.34.).

Çalışmada farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanan farklı kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotlarının birlikte uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları ise Çizelge 4.35.'de sunulmuştur.

Çizelge 4.35. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem / Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NO}_3\text{-nned}$	40	20,52	6,85	0,17	0,12	27,66
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NO}_3\text{-Nasa}$	42,5	21,80	9,46	0,48	0,14	31,88
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$	47,5	24,36	8,78	0,24	0,13	33,51
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NO}_3\text{-nned}$	40	20,52	4,68	0,17	0,12	25,49
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NO}_3\text{-Nasa}$	42,5	21,80	7,29	0,48	0,14	29,71
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$	47,5	24,36	6,61	0,24	0,13	31,34
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NO}_3\text{-nned}$	40	20,52	1,28	0,08	0,07	21,95
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NO}_3\text{-Nasa}$	42,5	21,80	3,89	0,39	0,09	26,17
$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$	47,5	24,36	3,21	0,15	0,08	27,80

Toprak ekstraksiyon yöntemi ve kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metodu eşleşmelerine bakıldığında; en ekonomik toplam analiz maliyetinin 21,95 TL/10 örnek miktarı ile $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ yöntem+metot eşleşmesine ait olduğu, en maliyetli yöntem+metot eşleşmesinin ise 33,51 TL/10 örnek miktarı ile $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} + \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ yöntem+metot eşleşmesine ait olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.35.). $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ yöntem+metot eşleşmesinin en ekonomik uygulama olması üzerinde ekstraksiyon çözeltisi maliyetinin düşük olması yanında kantitatif belirleme metodunun da diğer metotlara kıyasla en ekonomik metot olmasından kaynaklanmaktadır. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} + \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ uygulamasının en maliyetli eşleşme olması üzerinde ise daha büyük oranda kantitatif belirleme metodunun diğer metotlara kıyasla en maliyetli metot olmasından kaynaklanmıştır.

$\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması aşamasında toprak ekstraksiyon çözeltilerinin elde edilebilmesi için uygulayıcının harcadığı süre toplam 25 dk olup bu süre miktarı her üç ekstraksiyon miktarı içinde aynı olmuştur (Bkz. Çizelge 4.33.). Çizelge 4.35.'de sunulan AaS miktarları içerinden toprak ekstraksiyon aşamasında kullanılan AaS miktarları çıkarıldığında bu miktarlar; $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ uygulaması için 15 dk/10 örnek, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-Nasa}$ uygulaması için 17,5 dk/10 örnek ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ uygulaması için ise 22,5 dk/10 örnektir. Bu durumda yalnızca kantitatif analiz metotlarının uygulanması sırasında meydana gelen AaS miktarları arasında 2,5 dk ($\text{NO}_3\text{-Nasa} - \text{NO}_3\text{-nned}$), 7,5 dk ($\text{NO}_3\text{-Zn}_{210} - \text{NO}_3\text{-nned}$) ve 5 dk'lık ($\text{NO}_3\text{-Zn}_{210} - \text{NO}_3\text{-Nasa}$) farkların meydana geldiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.35.). Kantitatif analiz metotları arasında meydana gelen bu AaS miktarları farkları metotların analiz prosedürlerinde bulunan farklılıklardan kaynaklanmaktadır. $\text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ kantitatif analiz metodunun en uzun AaS süresine sahip olması üzerinde söz konusu yöntemde 2 kez spektrofotometrik absorpsiyon okuması işleminin yapıyor olması etken olmaktadır. AaS miktarları arasındaki farklar doğrudan İM değerleri üzerinde etkili olmakta ve bu nedenle de $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ uygulamasının en az İM miktarında olmasında buna karşın $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ uygulamasının ise en yüksek İM miktarına ulaşmasına sebep olduğu görülebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.35.).

KMM miktarları bakımından uygulamalar karşılaştırıldığında en ekonomik uygulamanın $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ olduğu ve en maliyetli uygulamanın ise $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} + \text{NO}_3\text{-Nasa}$ olduğu belirlenmiştir. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ekstraksiyon yönteminin KMM miktarı 6,12 TL/10 örnek, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ekstraksiyon yönteminin KMM miktarı 0,66 TL/10 örnek ve $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ ekstraksiyon yönteminin KMM miktarı ise 0,55 TL/10 örnektir. Bu durumda $\text{NO}_3\text{-nned}$ nicel metodunun KMM miktarı 0,73 TL/10 örnek, $\text{NO}_3\text{-Nasa}$ nicel metodunun KMM miktarı 3,34 TL/10 örnek ve $\text{NO}_3\text{-Zn}_{210}$ nicel metodunun KMM miktarı ise 2,66 TL/10 örnek düzeyinde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.32.). $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ ekstraksiyon yöntemi KMM miktarı bakımından en düşük seviyede olan yöntemdir. $\text{NO}_3\text{-nned}$ kantitatif belirleme metodunun da en az KMM miktarı olan metot olması nedeniyle $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} + \text{NO}_3\text{-nned}$ uygulaması KMM miktarı bakımından en düşük maliyetli uygulama olmuştur. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ ekstraksiyon yöntemi KMM miktarı bakımından en maliyetli ekstraksiyon yöntemi olması ve $\text{NO}_3\text{-Nasa}$ metodunun da KMM miktarı bakımından

en maliyetli kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metodu olması nedeniyle $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} + \text{NO}_3\text{-N}_{\text{Nasa}}$ uygulaması en maliyetli uygulama olarak belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.35.).

AM miktarları üzerinde toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmaları sırasında kullanılan çalkalama cihazında uygulanan çalkalama süreleri ve elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde gerçekleştirilen kantitatif $\text{NO}_3\text{-N}$ belirleme metotlarının uygulanması sırasında kullanılan laboratuvar cihaz ve ekipmanların kullanım süreleri etkili olmaktadır. Bu durum aynı zamanda EM miktarları üzerinde de aynı paralelde ve doğrudan etkili olmaktadır. AM miktarı bakımından en maliyetli metot $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Nasa}}$ metodudur. Bu metotta etüvde 2 h süreyle işlem yapılmaktadır. Yalnızca bu işlem 0,32 TL/10 örnek düzeyinde AM oluşmasına neden olmaktadır. AM miktarı en düşük metot ise $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{ned}}$ metodudur. Söz konusu metotta su banyosunda ısıtma işlemi olmasına rağmen su banyosu cihazının yatırım maliyetindeki azlık bu metodun AM miktarının az bulunmasında ana etken olmuştur. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Zn210}}$ metodunda uygulama aşamasında spektrofotometrik cihaz okuma işlemi dışında bir işlem olmamasına rağmen bu metodun AM miktarının nispeten yüksek bulunması söz konusu yöntemde kullanılan spektrofotometre cihazı yatırım maliyetinin yüksek olması ile birlikte bu metotta spektrofotometrik okumaların iki kez yapılmak durumunda kalınmasından kaynaklanmaktadır.

AaS, İM, KMM, AM ve EM açısından farklılaşan uygulamaların bir sonucu olarak TAM miktarları bakımından uygulamalar karşılaştırıldığında; $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl(SO4)2}} + \text{NO}_3\text{-N}_{\text{ned}}$ uygulamasının en ekonomik uygulama kombinasyonu olduğu, $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}} + \text{NO}_3\text{-N}_{\text{Zn210}}$ uygulamasının ise en maliyetli uygulama kombinasyonu olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.35.).

4.1.8. $\text{NH}_4\text{-N}$

Toprak örneklerinin $\text{NH}_4\text{-N}$ içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 3 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.36. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

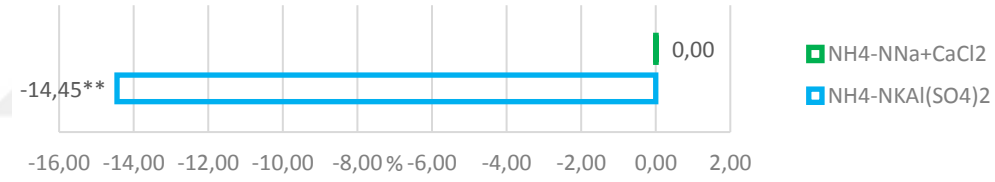
Çizelge 4.36. $\text{NH}_4\text{-N}$ analiz sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$	4,93	11,75	8,03	1,73
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO4)2}}$	4,94	11,67	8,03	1,73
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl2}}$	4,15	10,02	6,87	1,50

Farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan $\text{NH}_4\text{-N}$ miktarlarının; $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle 4,93-11,75 mg/kg, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle 4,94-11,67 mg/kg ve $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise 4,15-10,02 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Belirlenen ortalama $\text{NH}_4\text{-N}$ sonuçlarına göre yöntemler, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2} < \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} = \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ şeklinde sıralanmıştır. Bulunan sonuçlara göre en düşük ortalama $\text{NH}_4\text{-N}$ miktarının $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle, en yüksek ortalama $\text{NH}_4\text{-N}$ miktarının ise $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ yöntemiyle elde edildiği tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.36.).

$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen $\text{NH}_4\text{-N}$ değerlerinin referans $\text{NH}_4\text{-N}$ değerleri olarak kabul edildiği durumda, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle aynı miktarda, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemiyle ise %14,45 oranında düşük $\text{NH}_4\text{-N}$ değerlerinin elde edildiği görülmektedir (Grafik 4.7.).

Grafik 4.7. $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ değerlerine göre % $\Delta \text{NH}_4\text{-N}$



Farklı $\text{NH}_4\text{-N}$ ekstraksiyon yöntemleri arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre en yüksek ilişki $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$ yöntemleri arasında en düşük ilişki ise $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} / \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ ve $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.37.).

Çizelge 4.37. $\text{NH}_4\text{-N}$ analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} \times \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$	$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} = -0,008 + 1,000 \cdot \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$	0,999**
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} \times \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} = 0,090 + 1,155 \cdot \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	0,998**
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} \times \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} = 0,098 + 1,154 \cdot \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	0,998**

Farklı $\text{NH}_4\text{-N}$ ekstraksiyon yöntemleri arasındaki farkın istatistiki yönden farklı olduğu (%95-%99) tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.37.).

Çizelge 4.38. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [$\text{NH}_4\text{-N}$ (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	$\Delta\text{NO}_3\text{-N}$
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} - \text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$	-2,108	0,039	-0,006*
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} - \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	38,069	0,000	1,151**
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} - \text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	38,465	0,000	1,158**

Çalışmada toprak örneklerine üç farklı $\text{NH}_4\text{-N}$ toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde 3 farklı kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiş ve elde edilen bulgular Çizelge 4.38. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.39. Farklı kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$	$\text{NH}_4\text{-sa}$	4,96	11,61	8,02	1,73
	$\text{NH}_4\text{-fh}$	4,90	12,00	8,02	1,74
	$\text{NH}_4\text{-b}$	4,93	11,75	8,02	1,73
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$	$\text{NH}_4\text{-sa}$	4,90	11,69	7,98	1,72
	$\text{NH}_4\text{-fh}$	4,95	11,81	8,06	1,74
	$\text{NH}_4\text{-b}$	4,97	11,64	7,98	1,73
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$	$\text{NH}_4\text{-sa}$	4,15	9,99	6,85	1,49
	$\text{NH}_4\text{-fh}$	4,16	10,04	6,88	1,50
	$\text{NH}_4\text{-b}$	4,15	10,02	6,85	1,50

$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde $\text{NH}_4\text{-sa}$ kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak 4,96-11,61 mg/kg, $\text{NH}_4\text{-fh}$ metodu kullanılarak 4,90-12,00 mg/kg ve $\text{NH}_4\text{-b}$ metodu kullanılarak ise 4,93-11,75 mg/kg arasında değişen $\text{NH}_4^+\text{-N}$ miktarları belirlenmiştir. $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde $\text{NH}_4\text{-sa}$ kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak 4,90-11,69 mg/kg, $\text{NH}_4\text{-fh}$ metodu kullanılarak 4,95-11,81 mg/kg ve $\text{NH}_4\text{-b}$ metodu kullanılarak ise 4,97-11,64 mg/kg arasında değişen $\text{NH}_4\text{-N}$ miktarları belirlenmiştir. $\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise $\text{NH}_4\text{-sa}$ kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodu kullanılarak 4,15-9,99 mg/kg, $\text{NH}_4\text{-fh}$ metodu kullanılarak 4,16-10,04 mg/kg ve $\text{NH}_4\text{-b}$ metodu kullanılarak ise 4,15-10,02 mg/kg arasında değişen $\text{NH}_4^+\text{-N}$ miktarları belirlenmiştir (Çizelge 4.39.).

Çizelge 4.40. Farklı kantitatif NH₄-N analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
KCl / NH ₄ -sa X NH ₄ -fh	NH ₄ -sa = 0,065 + 0,991*NH ₄ -fh	0,996**
KCl / NH ₄ -sa X NH ₄ -b	NH ₄ -sa = 0,020 + 0,997*NH ₄ -b	0,999**
KAl(SO ₄) ₂ / NH ₄ -sa X NH ₄ -fh	NH ₄ -sa = -0,004 + 0,991*NH ₄ -fh	0,999**
KAl(SO ₄) ₂ / NH ₄ -sa X NH ₄ -b	NH ₄ -sa = -0,008 + 0,993*NH ₄ -b	0,999**
Na+CaCl ₂ / NH ₄ -sa X NH ₄ -fh	NH ₄ -sa = 0,003 + 0,995*NH ₄ -fh	0,999**
Na+CaCl ₂ / NH ₄ -sa X NH ₄ -b	NH ₄ -sa = 0,003 + 0,997*NH ₄ -b	0,999**

Farklı çözeltiler kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde bulunan NH₄-N miktarlarını belirlemek amacıyla kullanılan kantitatif NH₄-N belirleme metotlarının aynı ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanması sonucunda elde edilen değerler arasındaki farkların tüm kombinasyonlar arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.40.).

Çizelge 4.41. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [NH₄-N (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔNH ₄ -N (mg/kg)
NH ₄ -N _{KCl} / NH ₄ -sa - NH ₄ -fh	0,808	0,725	0,168 ^{öd}
NH ₄ -N _{KCl} / NH ₄ -sa - NH ₄ -b	0,931	0,555	0,174 ^{öd}
NH ₄ -N _{KCl} / NH ₄ -fh - NH ₄ -b	-0,641	0,524	-0,011 ^{öd}
NH ₄ -N _{KAl(SO₄)₂} / NH ₄ -sa - NH ₄ -fh	-0,713	0,478	-0,006 ^{öd}
NH ₄ -N _{KAl(SO₄)₂} / NH ₄ -sa - NH ₄ -b	-0,606	0,547	-0,014 ^{öd}
NH ₄ -N _{KAl(SO₄)₂} / NH ₄ -fh - NH ₄ -b	-0,570	0,570	-0,006 ^{öd}
NH ₄ -N _{Na+CaCl₂} / NH ₄ -sa - NH ₄ -fh	0,808	0,614	0,168 ^{öd}
NH ₄ -N _{Na+CaCl₂} / NH ₄ -sa - NH ₄ -b	0,931	0,866	0,174 ^{öd}
NH ₄ -N _{Na+CaCl₂} / NH ₄ -fh - NH ₄ -b	-0,641	0,524	-0,011 ^{öd}

Toprakta bulunan inorganik azot formunun önemli bir bölümünü oluşturan NH₄⁺ iyonlarının formu ve topraktaki varlığı toprak reaksiyonu ile yakından etkilenmektedir. Toprak çözeltisinin pH değerlerinin artması durumunda (pH > 6) NH₄⁺ iyonu NH₃ formuna dönüşmekte ve topraktan NH₃ buharı formunda uzaklaşabilmektedir. Toprak bünyesinde bulunan NH₄⁺ iyonları toprak çözeltisi içerisinde serbest iyon şeklinde, kil mineralleri yüzey ve boşluklardaki alanlarda absorbe edilmiş halde, toprak organik maddesinin pozitif yüklü yüzeylerinde absorbe halde ve kil minerallerinin kristal kafes yapılarına yakın yüzeylerde kil minerallerini oluşturan tabakalar arasında desorbe olamaz şekilde fikse halde bulunabilmektedirler (Schachtschabel et al., 1984).

Toprakta bulunan silikat mineralleri tarafından fikse haldeki NH₄⁺ iyonlarının bitkiler tarafından kullanılabilir olması için silikatların bozunması gerekmektedir. Dolayısıyla fikse olan HN₄⁺ iyonlarının toprak çözeltisi içerisine

geçmesi ancak silikatların bozunma hızına bağlı olmaktadır ki bu süreç toprakta çok geniş zaman aralığında meydana gelebilmektedir (Schachtschabel, 1961). Fikse halde bulunan ve desorbe olamayan NH_4^+ iyonlarının yanı sıra toprakta “*yeni (taze) fikse edilmiş / frisch fixiertes*” NH_4^+ iyonları bulunmaktadır. Söz konusu iyonların bitkiler tarafından kullanılabilirdiği ve absorbe edildikleri yüzeylerden desorbe olabildikleri belirtilmektedir (Scherer and Vollmer, 1980). Yeni (teze) fikse edilmiş NH_4^+ iyonlarının yayılsılığı K^+ iyonlarının yayılsılık oranları ile benzer düzeylerde bulunmaktadır. Bu durum söz konusu iki katyonun absorpsiyon yüzeylerine olan bağlanma kuvvetinin birbirine yakın olmasıyla açıklanabilmektedir.

Çalışmada kullanılan $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ve $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasındaki yöntem özellikleri incelendiğinde, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ ve $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasındaki toprak/ekstraksiyon çözeltisi oranının 1:10 olduğu buna karşın $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ ekstraksiyon yönteminin toprak/ekstraksiyon çözeltisi oranının ise 1:5 oranında uygulanmıştır. $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}}$ ekstraksiyon yönteminde KCl derişimi 2 M, $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2}$ ekstraksiyon yönteminde ise 1 M NaCl ve 0,1 M CaCl_2 çözeltilerinden oluşan elektrolit karışımı kullanılmıştır. $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2}$ ekstraksiyon yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği $\text{KAl(SO}_4)_2$ 'nin derişimi ise %1 seviyesinde bulunmaktadır. 1 litre 2 M KCl çözeltisi içerisinde yaklaşık 78 gr K elementi, 1 M NaCl çözeltisi içerisinde yaklaşık 23 gr Na, 0,1 M CaCl_2 çözeltisi içerisinde yaklaşık 4 gr Ca ve %1'lik $\text{KAl(SO}_4)_2$ çözeltisi içerisinde ise yaklaşık 1,5 gr K bulunmaktadır. %1'lik $\text{KAl(SO}_4)_2$ ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği K miktarı diğer çözeltilerde bulunan katyon miktarlarına kıyasla düşük durumda bulunmaktadır. %1'lik $\text{KAl(SO}_4)_2$ çözeltisi içerisinde bulunan Al^{+3} miktarı da yaklaşık 1 gr olarak bulunmaktadır. Al iyonunun yarı çapı 0,053 nm, hidrate yarı çapı ise 0,377 nm'dir. K elementinin yarı çapı 0,138 nm, hidrate yarı çapı ise 0,212 nm'dir. NH_4^+ iyonunun yarı çapı 0,148 nm ve hidrate yarı çapı ise 0,213 nm genişliğindedir (Marcus, 1991). Dolayısıyla %1'lik $\text{KAl(SO}_4)_2$ çözeltisi içerisinde bulunan Al^{+3} iyonlarının NH_4^+ iyonlarını desorbe etme olasılığı son derece düşük gözükmemektedir. Na^+ iyonunun yarı çapı 0,102 nm ve hidrate yarı çapı ise 0,218 nm'dir. Söz konusu elementin NH_4^+ iyonu hidrate yarı çapına olan yakınlığı desorpsiyon için yeterli gözükmemektedir. Ca elementinin yarı çapı 0,100 nm ve hidrate yarı çapı ise 0,271 nm kadardır (Marcus, 1991). Ca elementi de sınırlı düzeyde olmasına rağmen absorpsiyon yüzeylerinde absorbe halde bulunan NH_4^+ iyonlarının desorpsiyonuna katkı sağlayabildiği düşünülmektedir. 2 M KCl ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan toplam katyon

derişimi ile 1 M NaCl ve 0,1 M CaCl₂ ekstraksiyon içerisinde bulunan toplam katyon derişiminin birbirine eşit olmasa da etki bakımından aynı etkinlik düzeyinde olduğu ve ekstraksiyon süresinin de eşit uygulandığı söz konusu iki ekstraksiyon yönteminin toprak örneklerinde NH₄⁺ iyonlarının ekstrakte etme kabiliyetinin birbirine eşit olması nedeniyle elde edilen ekstrakte edilebilir NH₄-N miktarlarının birbirine benzer bulunduğu düşünülmektedir. %1'lik KAl(SO₄)₂ ekstraksiyon çözeltisi ile bulunan ekstrakte edilebilir NH₄-N miktarının diğer iki ekstraksiyon yöntemine kıyasla daha düşük çıkması üzerinde söz konusu ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği toplam katyon derişimin düşük miktarda ve NH₄⁺ iyonu ile benzer iyonik çapta olmaması yanında ekstraksiyon çözeltisi/ekstraksiyon çözeltisi oranının yüksek olması ve çalkalama süresinin de diğer iki yöntemle kıyasla 2,4 kat daha kısa sürede uygulanması nedeniyle daha düşük NH₄-N değerlerinin elde edilmesine yol açtığı dolayısıyla söz konusu nedenlerin birlikte etkisi sonucunda %1'lik KAl(SO₄)₂ ekstraksiyon çözeltisinin toprak örneklerinden daha düşük seviyelerde NH₄-N ekstraksiyonuna neden olduğu düşünülmektedir.

Çalışmada farklı NH₄-N ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan NH₄-N değerleri arasındaki ilişkilerin Hinds and Lowe (1980), Kempers and Zweers (1986), Darrell and Nelson (1983), Sahrawat (1979), Kuderna et al. (1992) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan ilişkiler ile aynı paralellikte olduğu, toprak ekstraksiyon çözeltilerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisindeki NH₄-N miktarının belirlenmesi yönünde uygulanan farklı kantitatif metotlar ile elde edilen sonuçlar arasındaki ilişkilerin ve metot performanslarının ise Van Slyke and Hiller (1933), Noble (1955), Hinds and Lowe (1980), Chaney and Marbach (1962), Weatherburn (1967), Beecher and Whitten (1970), Mitchell (1972), Verdouw et al. (1978) ve Kempers and Zweers (1986) tarafından gerçekleştirilen çalışmalardakine benzer şekilde belirlendiği tespit edilmiştir.

Çalışmada kullanılan 3 farklı ekstraksiyon yöntemi ve kantitatif NH₄-N belirleme metotlarının toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Bkz. Çizelge 4.42. ve Çizelge 4.43.).

Araştırmada Bölüm 4.1.7.1.'de toprak örneklerinde ekstrakte edilebilir NO₃-N belirlemeleri için kullanılan NO₃-N_{KCl}, NO₃-N_{Na+CaCl2} ve NO₃-N_{KAl(SO4)2} ekstraksiyon yöntemleri yoluyla elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde aynı zamanda NH₄-N belirlemeleri de gerçekleştirilmiştir. Söz konusu toprak ekstraksiyon yöntemlerinin toplam analiz maliyetleri Çizelge 4.39.'den ve oluşan

söz konusu maliyetlerin aynı bölümde nedenleri açıklanmıştır. Daha önce veriler sonuçlar doğrultusunda; toprak ekstraksiyon yöntemlerinin TAM miktarları bakımından karşılaştırıldığında; $(\text{NH}_4)\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2} < (\text{NH}_4)\text{NO}_3\text{-N}_{\text{Na}+\text{CaCl}_2} < (\text{NH}_4)\text{NO}_3\text{-N}_{\text{KCl}}$ şeklinde sıralanmışlardır.

Çalışmada farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerine geçen $\text{NH}_4\text{-N}$ miktarının kantitatif olarak belirlenmesi için kullanılan metotların maliyet verileri tespit edilmiş ve elde edilen TAM miktarları Çizelge 4.41.'de sunulmuştur.

Çizelge 4.42. Kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)

Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{NH}_4\text{-sa}$	10	5,13	0,58	0,01	0,01	5,73
$\text{NH}_4\text{-fh}$	12,5	6,41	2,58	0,01	0,01	9,01
$\text{NH}_4\text{-b}$	17,5	8,98	0,70	0,01	0,01	9,70

$\text{NH}_4\text{-sa}$ metodu en ekonomik metot olmuştur. Bunda söz konusu metodun uygulanışının kolay ve hızlı olması yanında kullanılan kimyasal malzemelerin ortalama birim maliyetlerinin nispeten daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Metotlar arasında en maliyetli uygulama $\text{NH}_4\text{-b}$ metodu olmuştur. Bu metot uygulama sırasında diğer metotlara kıyasla daha fazla işlem basamağı içermesinden dolayı analiz için harcanan zamanın fazla olmasına dolayısıyla da İM miktarının diğer yöntemlere göre fazla olmasından kaynaklandığı belirlenmiştir (Çizelge 4.42.).

Çalışmada farklı toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanan farklı kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metotlarının birlikte uygulanması durumunda meydana gelen TAM miktarları ise Çizelge 4.43.'de sunulmuştur.

Çizelge 4.43. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem / Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-sa}$	32,5	16,67	6,7	0,16	0,10	23,63
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-fh}$	35	17,95	8,7	0,16	0,10	26,91
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-b}$	40	20,52	6,82	0,16	0,10	27,60
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NH}_4\text{-sa}$	32,5	16,67	4,53	0,16	0,10	21,46
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NH}_4\text{-fh}$	35	17,95	6,53	0,16	0,10	24,74
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{Na+CaCl}_2} / \text{NH}_4\text{-b}$	40	20,52	4,65	0,16	0,10	25,43
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NH}_4\text{-sa}$	32,5	16,67	1,13	0,07	0,05	17,92
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NH}_4\text{-fh}$	35	17,95	3,13	0,07	0,05	21,20
$\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NH}_4\text{-b}$	40	20,52	1,25	0,07	0,05	21,89

Farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinden elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde farklı kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metotlarının uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları görülebilmektedir. 25 dk örnek çalkalama süresi dolayısıyla meydana gelen düşük AM ve EM miktarları yanında kullanılan toprak ekstraksiyon çözeltisi ortalama maliyetinin diğer yöntemlere kıyasla daha az olmasından ve $\text{NH}_4\text{-sa}$ metodunun ekonomikliği de bir araya gelmesinden ötürü $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KAl(SO}_4)_2} / \text{NH}_4\text{-sa}$ uygulaması en ekonomik toplam analiz maliyeti değeri ile uygulamalar arasında en ekonomik uygulama olmuştur. Ekstraksiyon çözeltisi maliyetinin fazlalığı ve kantitatif $\text{NH}_4\text{-N}$ belirleme metodunun en maliyetli metot olmasından dolayı $\text{NH}_4\text{-N}_{\text{KCl}} / \text{NH}_4\text{-b}$ uygulaması ise en maliyetli uygulama olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.43.).

4.1.9. KDK

Toprak örneklerinin KDK miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak 8 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.44. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

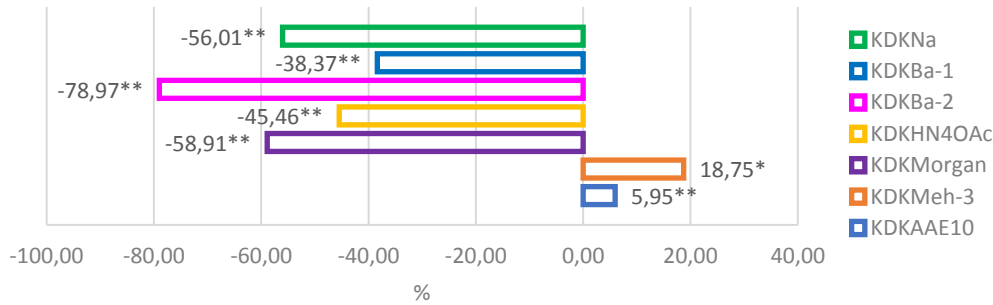
Çizelge 4.44. KDK analiz sonuçları (me/100 gr)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
$\text{KDK}_{\text{NH}_4\text{-c}}$	7,11	66,47	36,80	14,16
KDK_{Na}	4,53	33,18	16,19	6,16
$\text{KDK}_{\text{Ba-1}}$	5,74	61,86	22,68	12,20
$\text{KDK}_{\text{Ba-2}}$	2,68	13,96	7,74	2,25
$\text{KDK}_{\text{HN}_4\text{OAc}}$	7,17	32,79	20,07	6,96
$\text{KDK}_{\text{Morgan}}$	8,12	18,08	15,12	2,74
$\text{KDK}_{\text{Meh-3}}$	8,94	122,11	43,70	25,98
$\text{KDK}_{\text{AAE10}}$	12,41	55,77	38,99	12,89

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanılarak bulunan KDK değerlerinin; KDK_{NH_4-c} yöntemiyle 7,11-66,47 me/100gr, KDK_{Na} yöntemiyle 4,53-33,18 me/100 gr, KDK_{Ba-1} yöntemiyle 5,74-61,86 me/100gr, KDK_{Ba-2} yöntemiyle 2,68-13,96 me/100gr, KDK_{NH_4OAc} yöntemiyle 7,17-32,79 me/100gr, KDK_{Morgan} yöntemiyle 8,12-18,08 me/100gr, KDK_{Meh-3} yöntemiyle 8,94-122,11 me/100gr ve KDK_{AAE10} yöntemiyle ise 12,41-55,77 me/100gr değerleri arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Bulunan ortalama KDK sonuçlarına göre yöntemler, $KDK_{Ba-2} < KDK_{Morgan} < KDK_{Na} < KDK_{NH_4OAc} < KDK_{Ba-1} < KDK_{NH_4-c} < KDK_{AAE10} < KDK_{Meh-3}$ şeklinde sıralanmıştır. Bulunan sonuçlara göre en düşük ortalama KDK değeri KDK_{Ba-2} yöntemiyle, en yüksek ortalama KDK değerinin ise KDK_{Meh-3} yöntemiyle elde edildiği tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.44.).

KDK_{NH_4-c} yöntemiyle elde edilen KDK değerlerinin referans KDK değerleri olarak kabul edildiği durumda, KDK_{Na} yöntemiyle %56,01 oranında, KDK_{Ba-1} yöntemiyle %38,37 oranında, KDK_{Ba-2} yöntemiyle %78,97 oranında, KDK_{NH_4OAc} yöntemiyle %45,46 oranında ve KDK_{Morgan} yöntemiyle %58,91 oranında daha düşük değerlerin, KDK_{Meh-3} yöntemiyle %18,75 oranında ve KDK_{AAE10} yöntemiyle ise %5,95 oranında daha yüksek KDK değerlerinin bulunduğu görülmektedir (Grafik 4.8.).

Grafik 4.8. KDK_{NH_4-c} değerlerine göre %Δ KDK



Yöntemler arasında bulunan ilişkiler de incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre en yüksek ilişki KDK_{NH_4OAc} - KDK_{AAE10} yöntemleri arasında en düşük ilişki ise KDK_{Ba-2} X KDK_{NH_4OAc} yöntemleri arasında elde edilmiştir. KDK_{Ba-1} X KDK_{Meh-3} , KDK_{Ba-2} X KDK_{AAE10} , KDK_{NH_4-c} X KDK_{Ba-2} , KDK_{Ba-2} X KDK_{Meh-3} , KDK_{Na} X KDK_{Meh-3} ve KDK_{Ba-1} X KDK_{Meh-3} yöntemleri arasındaki ilişkiler ise önemsiz bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.45.).

Çizelge 4.45. KDK analiz sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
KDK _{NH4OAc} X KDK _{AAE10}	$KDK_{NH4OAc} = 1,338 + 0,431 \cdot KDK_{AAE10}$	0,890**
KDK _{NH4-c} X KDK _{NH4OAc}	$KDK_{NH4-c} = 0,514 + 1,808 \cdot KDK_{NH4OAc}$	0,888**
KDK _{NH4-c} X KDK _{AAE10}	$KDK_{NH4-c} = -1,014 + 0,970 \cdot KDK_{AAE10}$	0,883**
KDK _{Morgan} X KDK _{AAE10}	$KDK_{Morgan} = 7,804 + 0,188 \cdot KDK_{AAE10}$	0,882**
KDK _{NH4-c} X KDK _{Morgan}	$KDK_{NH4-c} = -27,152 + 4,231 \cdot KDK_{Morgan}$	0,819**
KDK _{NH4OAc} X KDK _{Morgan}	$KDK_{NH4OAc} = -10,134 + 1,998 \cdot KDK_{Morgan}$	0,787**
KDK _{Meh-3} X KDK _{AAE10}	$KDK_{Meh-3} = -8,839 + 1,348 \cdot KDK_{AAE10}$	0,669**
KDK _{NH4OAc} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{NH4OAc} = 12,668 + 0,169 \cdot KDK_{Meh-3}$	0,632**
KDK _{Ba-1} X KDK _{NH4OAc}	$KDK_{Ba-1} = 1,924 + 1,034 \cdot KDK_{NH4OAc}$	0,590**
KDK _{Na} X KDK _{Ba-1}	$KDK_{Na} = 9,887 + 0,278 \cdot KDK_{Ba-1}$	0,550**
KDK _{NH4-c} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{NH4-c} = 23,713 + 0,299 \cdot KDK_{Meh-3}$	0,549**
KDK _{Na} X KDK _{NH4OAc}	$KDK_{Na} = 6,562 + 0,479 \cdot KDK_{NH4OAc}$	0,542**
KDK _{Na} X KDK _{Morgan}	$KDK_{Na} = -1,931 + 1,199 \cdot KDK_{Morgan}$	0,533**
KDK _{NH4-c} X KDK _{Na}	$KDK_{NH4-c} = 17,547 + 1,189 \cdot KDK_{Na}$	0,517**
KDK _{NH4-c} X KDK _{Ba-1}	$KDK_{NH4-c} = 23,432 + 0,589 \cdot KDK_{Ba-1}$	0,508**
KDK _{Morgan} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{Morgan} = 12,990 + 0,049 \cdot KDK_{Meh-3}$	0,461**
KDK _{Ba-1} X KDK _{AAE10}	$KDK_{Ba-1} = 6,223 + 0,422 \cdot KDK_{AAE10}$	0,446**
KDK _{Na} X KDK _{AAE10}	$KDK_{Na} = 7,987 + 0,210 \cdot KDK_{AAE10}$	0,440**
KDK _{Na} X KDK _{Ba-2}	$KDK_{Na} = 7,030 + 1,176 \cdot KDK_{Ba-2}$	0,429**
KDK _{Ba-1} X KDK _{Morgan}	$KDK_{Ba-1} = -5,846 + 1,887 \cdot KDK_{Morgan}$	0,424**
KDK _{Ba-1} X KDK _{Ba-2}	$KDK_{Ba-1} = 9,399 + 1,716 \cdot KDK_{Ba-2}$	0,316**
KDK _{Ba-2} X KDK _{Morgan}	$KDK_{Ba-2} = 3,921 + 0,251 \cdot KDK_{Morgan}$	0,306*
KDK _{Ba-1} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{Ba-1} = 17,854 + 0,110 \cdot KDK_{Meh-3}$	0,235 ^{öd}
KDK _{Na} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{Na} = 14,039 + 0,049 \cdot KDK_{Meh-3}$	0,207 ^{öd}
KDK _{Ba-2} X KDK _{Meh-3}	$KDK_{Ba-2} = 8,310 - 0,013 \cdot KDK_{Meh-3}$	-0,150 ^{öd}
KDK _{NH4-c} X KDK _{Ba-2}	$KDK_{NH4-c} = 30,501 + 0,814 \cdot KDK_{Ba-2}$	0,129 ^{öd}
KDK _{Ba-2} X KDK _{AAE10}	$KDK_{Ba-2} = 7,194 + 0,014 \cdot KDK_{AAE10}$	0,080 ^{öd}
KDK _{Ba-2} X KDK _{NH4OAc}	$KDK_{Ba-2} = 7,578 + 0,008 \cdot KDK_{NH4OAc}$	0,025 ^{öd}

Yöntemler arasında farkın (KDK_{Na} - KDK_{Morgan} ve KDK_{Meh-3} - KDK_{AAE10} hariç) istatistiki açıdan önemli olduğu (%99) izlenmektedir (Bkz. Çizelge 4.46.).

Toprak örneklerinin KDK değerlerinin belirlenmesi sırasında toprak örnekleri farklı özellikteki ekstraksiyon çözeltileri ile ve farklı ekstraksiyon prosedürlerinden geçirilmiştir. KDK_{Na}, KDK_{Ba-1} ve KDK_{Ba-2} yöntemlerinde örnekler tekrarlamalı çoklu ekstraksiyon işlemlerine tabi tutulmuştur. KDK_{NH4-c}, KDK_{NH4OAc}, KDK_{Morgan} ve KDK_{AAE10} yöntemlerinde ise normal tek basamaklı ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Ayrıca her bir KDK yönteminin uygulanması sonucunda elde edilen verilerin hesaplanması sırasında kullanılan yöntemler farklı olmaktadır. KDK_{Na} yönteminde son basamakta desorbe edilen Na miktarı KDK değerine dönüştürülme sırasında Na elementinin molekül kütlesi olan 23 değerine bölünmektedir. KDK_{Ba-1} ve KDK_{Ba-2} yöntemlerinin uygulanması aynı olup son aşamalarında farklılık göstermektedirler.

KDK_{Ba-1} yönteminin son aşamasında desorbe edilen Na, K, Ca ve Mg elementlerinin içerikleri belirlenmekte ve değerler söz konusu elementlerin molekül ağırlıklarına¹⁵ bölünerek hesaplanmaktadır. KDK_{NH4OAc}, KDK_{Morgan} ve

¹⁵ Na: 23, K: 39, Mg: 24/2, Ca:40/2

KDK_{AAE10} yöntemlerinin uygulanmasında tek basamaklı ekstraksiyon gerçekleştirilmekte ve ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan Na, K, Ca ve Mg elementlerinin içerikleri belirlenmekte ve aynı KDK_{Ba-1} yönteminde gerçekleştirildiği şekilde KDK değerleri hesaplanmaktadır. KDK yöntemlerinin uygulanmasında absorpsiyon işlemi sırasında kullanılan katyon ve desorpsiyon işlemleri sırasında kullanılan katyonlar birbirinden kütlece ve değerlik bakımından farklılık göstermesi yanında söz konusu işlemlerin uygulanması sırasındaki ekstraksiyon işleminin süresi ve uygulanış şekilleri de farklılık göstermektedir. KDK_{NH4-c} yöntemiyle diğer KDK yöntemlerine nazaran daha yüksek sonuçların elde edilmesi ise söz konusu yöntemin ekstraksiyonu sırasındaki sürenin diğer tüm KDK yöntemlerine göre çok daha uzun süre sürdürülmesinden kaynaklandığı dolayısıyla 1 gece süresince 1 N NH₄OAc çözeltisi ile toprak örneklerinin muamele edilmesi sonucunda diğer tüm KDK yöntemlerinden daha fazla katyonun değişim komplekslerinden desorbe edilebildiği düşünülmektedir.

Çizelge 4.46. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [KDK (me/100gr)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔKDK
KDK _{NH4-c} - KDK _{Na}	13,96	0,000	20,61**
KDK _{NH4-c} - KDK _{Ba-1}	8,83	0,000	14,12**
KDK _{NH4-c} - KDK _{Ba-2}	17,05	0,000	29,06**
KDK _{NH4-c} - KDK _{NH4OAc}	16,05	0,000	16,73**
KDK _{NH4-c} - KDK _{Morgan}	14,88	0,000	21,68**
KDK _{NH4-c} - KDK _{Meh-3}	-2,62	0,011	-6,90*
KDK _{NH4-c} - KDK _{AAE10}	-2,70	0,009	-2,19**
KDK _{Na} - KDK _{Ba-1}	-5,25	0,000	-6,49**
KDK _{Na} - KDK _{Ba-2}	12,48	0,000	8,45**
KDK _{Na} - KDK _{NH4OAc}	-5,07	0,000	-3,89**
KDK _{Na} - KDK _{Morgan}	1,68	0,097	1,07 ^{0d}
KDK _{Na} - KDK _{Meh-3}	-8,92	0,000	-27,52**
KDK _{Na} - KDK _{AAE10}	-16,23	0,000	-22,80**
KDK _{Ba-1} - KDK _{Ba-2}	10,54	0,000	14,94**
KDK _{Ba-1} - KDK _{NH4OAc}	2,18	0,033	2,60*
KDK _{Ba-1} - KDK _{Morgan}	5,51	0,000	7,56**
KDK _{Ba-1} - KDK _{Meh-3}	-6,67	0,000	-21,03**
KDK _{Ba-1} - KDK _{AAE10}	-10,17	0,000	-16,31**
KDK _{Ba-2} - KDK _{NH4OAc}	-14,00	0,000	-12,33**
KDK _{Ba-2} - KDK _{Morgan}	-20,49	0,000	-7,37**
KDK _{Ba-2} - KDK _{Meh-3}	-11,23	0,000	-35,96**
KDK _{Ba-2} - KDK _{AAE10}	-19,96	0,000	-31,24**
KDK _{NH4OAc} - KDK _{Morgan}	8,03	0,000	4,96**
KDK _{NH4OAc} - KDK _{Meh-3}	-8,76	0,000	-23,63**
KDK _{NH4OAc} - KDK _{AAE10}	-21,04	0,000	-18,91**
KDK _{Morgan} - KDK _{Meh-3}	-9,49	0,000	-28,59**
KDK _{Morgan} - KDK _{AAE10}	-18,65	0,000	-23,87**
KDK _{Meh-3} - KDK _{AAE10}	1,96	0,054	4,72 ^{0d}

Çalışmada seçilen farklı KDK belirleme yöntemlerinin örnekler üzerinde uygulanması sonucunda elde edilen KDK değerleri arasındaki ilişkilerin Coleman and Thomas (1967), Ngewoh et al. (1989) ve Horn et al. (1982) tarafından bulunan farklı KDK yöntemleri arasındaki ilişkiler ile paralellik içerisinde bulunduğu, çalışmada belirlenen KDK değerleri miktarlarının ise aynı bölgelerde Atalay (1982), Kılınç (1978) ve Çolakoğlu (1977) tarafından gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda belirlenen KDK değerleri ile benzer olduğu belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan 8 farklı KDK analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.47.)

Çizelge 4.47. Ekstraksiyon yöntemlerinin maliyetleri (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
KDK _{NH4-c}	25	12,83	4,24	0,07	0,05	17,19
KDK _{Na}	75	38,48	55,07	0,30	0,38	94,23
KDK _{Ba-1}	66	33,86	21,24	0,41	0,45	55,96
KDK _{Ba-2}	98,5	50,53	46,60	0,65	0,70	98,48
KDK _{NH4OAc}	25	12,83	4,24	0,07	0,05	17,19
KDK _{Morgan}	25	12,83	2,12	0,04	0,03	15,02
KDK _{Meh3}	25	12,83	1,08	0,01	0,01	13,93
KDK _{AAE10}	25	12,83	6,65	0,15	0,09	19,72

KDK_{NH4-c}, KDK_{NH4OAc}, KDK_{Morgan}, KDK_{Meh-3} ve KDK_{AAE10} yöntemlerine ait İM miktarlarının diğer yöntemlere kıyasla düşük olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.46.). Bu yöntemlerde tek aşamadan oluşan ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmekte dolayısıyla söz konusu yöntemlerin ekstraksiyon aşamalarında analizi uygulayan personel tarafından harcanan zaman daha az olmaktadır.

KDK_{NH4-c}, KDK_{NH4OAc}, KDK_{Morgan}, KDK_{Meh-3} ve KDK_{AAE10} yöntemlerinin KMM miktarlarına bakıldığında; söz konusu yöntemlerin ekstraksiyon çözeltilerini oluşturan kimyasal malzemelerin ortalama birim maliyetlerinin düşük olması önemli ölçüde etki ederek bu duruma yol açtığı tespit edilmiştir. Bu nedenle bu yöntemlerin KMM miktarı bakımından da diğer yöntemlere kıyasla daha ekonomik oldukları izlenebilmektedir.

Yöntemlerin İM miktarları incelenecek olursa; en maliyetli yöntemin KDK_{Ba-2} yöntemi olduğu bu durumun ise söz konusu yöntemin içerdiği çok sayıdaki işlem basamağından kaynaklanmaktadır. AM miktarı bakımından ise en maliyetli yöntemin KDK_{Ba-2} yöntemi olduğu görülmektedir. Bu durum söz konusu

yöntemde fazladan uygulanan çalkalama ve santrifüj işlemlerinden kaynaklanmaktadır. Çalkalama ve santrifüj prosedürlerindeki artış doğrudan AM ve EM miktarlarını da artırıcı yönde etki etmiştir. Yukarıda kısaca açıklanan sebeplerin birlikte etkili olması sonucunda diğer yöntemlere kıyasla yüksek miktarlarda bulunan İM, KMM, AM ve EM miktarlarının birlikte oluşturduğu etki neticesinde KDK_{Ba-2} yönteminin en maliyetli KDK ekstraksiyon yöntemi olduğu görülebilmektedir. Çalışmada uygulanan en ekonomik KDK ekstraksiyon prosedürünün ise KDK_{Meh-3} yönteminin olduğu bunu doğrudan KDK analiz yöntemi olarak kullanılan KDK_{NH4-c} yönteminin izlemekte olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.47.).

Yukarıda sunulan temel bilgilerin doğrultusunda; araştırmada uygulanan KDK ekstraksiyon prosedürleri sonucunda elde edilen çözeltilerin içerisinde bulunan ve KDK'nın hesaplanmasında kullanılan kantitatif element belirlemelerine ait sonuçlar ICP-OES cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Uygulanan KDK yöntemlerinin bir bölümünde yalnızca bir adet analit belirlemesi gerçekleştirilerek KDK değeri hesaplanabilirken, bazı yöntemlerde bunun yapılabilmesi için ise çoklu element belirlemelerinin yapılması gerekmektedir. Çalışmada çoklu element belirlemelerinde 4 adet element belirlemesi gerçekleştirilmiştir. Araştırmada nicel element belirlemeleri gerçekleştirilmesi amacıyla kullanılan ICP-OES cihazının kantitatif analiz metodunun uygulanması sırasında meydana gelen analiz maliyeti verileri Çizelge 4.48.'de sunulmuş, Çizelge 4.47.'de bulunan KDK ekstraksiyon maliyetleri ile Çizelge 4.47.'de verilen kantitatif element belirleme metodu maliyet verileri yöntemlerin uygulama özelliklerine uygun olarak bir araya getirilmek suretiyle Çizelge 4.49.'da verilmektedir.

Çizelge 4.48. ICP-OES sistemi analiz maliyetleri (10 örnek)

Metot+Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
X_{ICP} (1 element)	5	2,57	5,40	0,54	1,14	9,65
X_{ICP} (4 element)	5	2,57	12,60	1,33	2,71	19,21

Çizelge 4.49. Ekstraksiyon Yöntemi + ICP-OES metotlarının birlikte maliyetleri (10 örnek)

Metot+Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
X _{ICP} /KDK _{NH4-c}	30	15,39	16,84	1,40	2,76	36,39
X _{ICP} /KDK _{Na}	80	41,04	60,47	0,84	1,52	103,87
X _{ICP} /KDK _{Ba-1}	71	36,42	33,84	1,74	3,16	75,16
X _{ICP} /KDK _{Ba-2}	103,5	53,10	52,00	1,19	1,84	108,13
X _{ICP} /KDK _{NH4OAc}	30	15,39	16,84	1,40	2,76	36,39
X _{ICP} /KDK _{Morgan}	30	15,39	14,72	1,37	2,74	34,22
X _{ICP} /KDK _{Meh3}	30	15,39	13,68	1,34	2,72	33,13
X _{ICP} /KDK _{AAE10}	30	15,39	19,25	1,48	2,80	38,92

ICP-OES cihazı ile çözeltilerde 1 adet elementin belirlenmesi 9,65 TL'lik TAM miktarına, aynı cihaz sistemi ile çözeltilerde 4 adet elementin belirlenmesi ise 19,21 TL'lik bir TAM değerinin oluşmasına neden olmaktadır. Aynı çözeltide belirlenmek istenen element sayısı artışına bağlı olarak ICP-OES sisteminin harcadığı zaman dolayısıyla cihazın kullandığı Ar gazı miktarı, EM miktarı ve AM miktarı da doğal olarak artış göstermektedir. Ancak bu artış belirlenen element sayısına artışına orantılı olarak gerçekleşmemektedir (Çizelge 4.49.).

Çizelge 4.49.'de bulunan ve KDK ekstraksiyon yöntemleri ile ICP-OES metodunun birlikte meydana getirdiği maliyetler incelendiğinde; KDK ekstraksiyon yönteminin özelliklerinden kaynaklanan sebeplerden ve kantitatif element belirleme metodunun yöntem+metot maliyeti içerisinde düşük oranda etkili olmasından dolayı KDK_{Ba-2} yönteminin en maliyetli yöntem olarak karşımıza çıkmıştır. En ekonomik yöntem+metot eşleşmesi ise KDK_{Meh-3} yönteminin olduğu bunu doğrudan KDK analiz yöntemi olarak kullanılan KDK_{NH4-c} yönteminin izlemekte olduğu tespit edilmiştir. Yöntem+metot kombinasyonları TAM miktarları bakımından KDK_{Meh-3} < KDK_{Morgan} < KDK_{NH4-c} = KDK_{NH4OAc} < KDK_{AAE10} < KDK_{Ba-1} < KDK_{Na} < KDK_{Ba-2} olarak sıralanmış olduğu belirlenmiştir.

Araştırmada bulunan KDK değerlerinin ve yöntemler arasında karşılaştırmalar sonucunda elde edilen bulguların bu yönde gerçekleştirilen diğer çalışmalar ile paralellikler içerisinde olduğu belirlenmiştir.

4.2. Toprakta Yarayışlı Bitki Besin Elementi Analizleri ve TAM Miktarları

4.2.1. Yarayışlı Bitki Besin Elementlerinin Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması (Yöntem-Metot):

4.2.1.1. Yarayışlı Fosfor (P):

Toprak örneklerinin yarayışlı P içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 8 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.50. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 4.50. Yarayışlı P sonuçları (mg/kg)

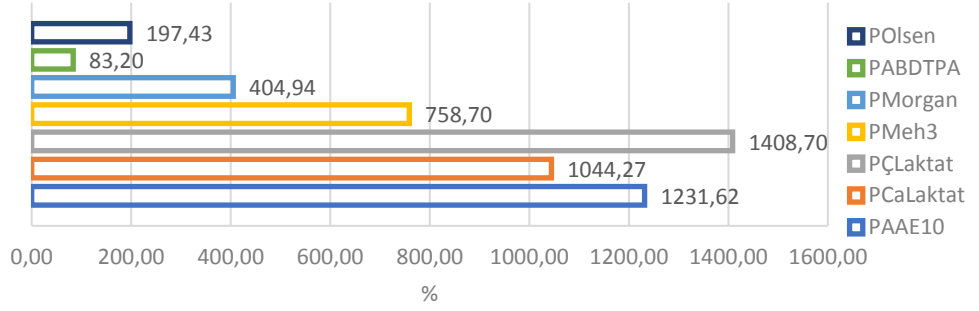
Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
P _{Bingham}	0,42	21,86	5,06	4,96
P _{Olsen}	1,70	59,52	15,05	14,08
P _{ABDTPA}	0,40	37,18	9,27	10,00
P _{Morgan}	2,52	101,03	25,55	22,21
P _{Meh3}	3,30	176,36	43,45	35,96
P _{ÇLaktat}	4,56	319,99	76,34	63,25
P _{CaLaktat}	9,29	197,32	57,90	43,50
P _{AAE10}	8,40	321,11	67,38	62,42

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı P değerlerinin; P_{Bingham} yöntemiyle 0,42-21,86 mg/kg, P_{Olsen} yöntemiyle 1,70-59,52 mg/kg, P_{ABDTPA} yöntemiyle 0,40-37,18 mg/kg, P_{Morgan} yöntemiyle 2,52-101,03 mg/kg, P_{Meh3} yöntemiyle 3,30-176,36 mg/kg, P_{ÇLaktat} yöntemiyle 4,56-319,99 mg/kg, P_{CaLaktat} yöntemiyle 9,29-197,32 mg/kg ve P_{AAE10} yöntemiyle ise 8,40-321,11 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı P sonuçlarına göre yöntemler; P_{Bingham} < P_{ABDTPA} < P_{Olsen} < P_{Morgan} < P_{Meh3} < P_{CaLaktat} < P_{AAE10} < P_{ÇLaktat} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı P sonuçlarına göre en düşük yarayışlı P miktarları P_{Bingham} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı P miktarlarının ise P_{ÇLaktat} yöntemiyle belirlendiği görülmektedir (Çizelge 4.50.).

P_{Bingham} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı P değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, P_{Olsen} ekstraksiyon yöntemiyle %197,43 oranında, P_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle %83,20 oranında, P_{Morgan} ekstraksiyon yöntemiyle %404,94 oranında, P_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle

%758,70 oranında, $P_{\text{ÇLaktat}}$ ekstraksiyon yöntemiyle %1408,70 oranında, P_{CaLaktat} ekstraksiyon yöntemiyle %1044,27 oranında ve P_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle ise %1231,62 oranında daha yüksek yarayışlı P miktarları belirlenmiş olduğu görülmektedir (Grafik 4.9.).

Grafik 4.9. P_{Bingham} değerlerine göre % Δ P



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. P ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan P değerleri arasındaki en yüksek ilişki P_{Olsen} X P_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemleri arasında en düşük ilişki ise P_{Olsen} X $P_{\text{ÇLaktat}}$ ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.51.).

Farklı P ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı P sonuçlarının arasındaki farkların istatistiki açıdan önemli olduğu (%99-%95) izlenmektedir (Bkz. Çizelge 4.52.).

Çizelge 4.51. Yarayırlı P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
P _{Olsen} X P _{ABDTPA}	$P_{Olsen} = 2,533 + 1,350 \cdot P_{ABDTPA}$	0,959**
P _{Morgan} X P _{CaLaktat}	$P_{Morgan} = -2,081 + 0,478 \cdot P_{CaLaktat}$	0,936**
P _{Morgan} X P _{AAE10}	$P_{Morgan} = 3,419 + 0,329 \cdot P_{AAE10}$	0,924**
P _{Morgan} X P _{ÇLaktat}	$P_{Morgan} = 1,877 + 0,311 \cdot P_{ÇLaktat}$	0,884**
P _{ÇLaktat} X P _{AAE10}	$P_{ÇLaktat} = 16,659 + 0,886 \cdot P_{AAE10}$	0,874**
P _{ÇLaktat} X P _{CaLaktat}	$P_{ÇLaktat} = 2,926 + 1,268 \cdot P_{CaLaktat}$	0,872**
P _{CaLaktat} X P _{AAE10}	$P_{CaLaktat} = 17,365 + 0,601 \cdot P_{AAE10}$	0,863**
P _{Olsen} X P _{Meh3}	$P_{Olsen} = 0,579 + 0,333 \cdot P_{Meh3}$	0,850**
P _{ABDTPA} X P _{Meh3}	$P_{ABDTPA} = -0,855 + 0,233 \cdot P_{Meh3}$	0,838**
P _{Meh3} X P _{CaLaktat}	$P_{Meh3} = 4,363 + 0,675 \cdot P_{CaLaktat}$	0,816**
P _{Bingham} X P _{ABDTPA}	$P_{Bingham} = 1,463 + 0,387 \cdot P_{ABDTPA}$	0,781**
P _{Morgan} X P _{Meh3}	$P_{Morgan} = 5,327 + 0,466 \cdot P_{Meh3}$	0,755**
P _{Bingham} X P _{Olsen}	$P_{Bingham} = 1,190 + 0,257 \cdot P_{Olsen}$	0,729**
P _{Bingham} X P _{Meh3}	$P_{Bingham} = 1,040 + 0,092 \cdot P_{Meh3}$	0,670**
P _{Meh3} X P _{AAE10}	$P_{Meh3} = 18,155 + 0,375 \cdot P_{AAE10}$	0,651**
P _{Meh3} X P _{ÇLaktat}	$P_{Meh3} = 15,371 + 0,368 \cdot P_{ÇLaktat}$	0,646**
P _{Bingham} X P _{Morgan}	$P_{Bingham} = 1,728 + 0,130 \cdot P_{Morgan}$	0,582**
P _{Bingham} - P _{ÇLaktat}	$P_{Bingham} = 1,630 + 0,045 \cdot P_{ÇLaktat}$	0,572**
P _{Olsen} - P _{CaLaktat}	$P_{Olsen} = 4,564 + 0,181 \cdot P_{CaLaktat}$	0,559**
P _{Bingham} - P _{AAE10}	$P_{Bingham} = 2,067 + 0,044 \cdot P_{AAE10}$	0,558**
P _{ABDTPA} - P _{CaLaktat}	$P_{ABDTPA} = 1,862 + 0,128 \cdot P_{CaLaktat}$	0,556**
P _{ABDTPA} - P _{Morgan}	$P_{ABDTPA} = 2,933 + 0,248 \cdot P_{Morgan}$	0,550**
P _{Bingham} - P _{CaLaktat}	$P_{Bingham} = 1,459 + 0,062 \cdot P_{CaLaktat}$	0,545**
P _{Olsen} - P _{Morgan}	$P_{Olsen} = 6,773 + 0,324 \cdot P_{Morgan}$	0,510**
P _{ABDTPA} - P _{AAE10}	$P_{ABDTPA} = 3,932 + 0,079 \cdot P_{AAE10}$	0,494**
P _{Olsen} - P _{AAE10}	$P_{Olsen} = 7,893 + 0,106 \cdot P_{AAE10}$	0,471**
P _{ABDTPA} - P _{ÇLaktat}	$P_{ABDTPA} = 3,647 + 0,074 \cdot P_{ÇLaktat}$	0,466**
P _{Olsen} - P _{ÇLaktat}	$P_{Olsen} = 7,577 + 0,098 \cdot P_{ÇLaktat}$	0,439**

Çizelge 4.52. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı P (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔP
P _{Bingham} - P _{Olsen}	-7,50	0,000	-10,00**
P _{Bingham} - P _{ABDTPA}	-5,07	0,000	-4,22**
P _{Bingham} - P _{Morgan}	-8,58	0,000	-20,53**
P _{Bingham} - P _{Meh3}	-9,64	0,000	-38,39**
P _{Bingham} - P _{ÇLaktat}	-9,71	0,000	-71,28**
P _{Bingham} - P _{CaLaktat}	-10,63	0,000	-52,84**
P _{Bingham} - P _{AAE10}	-8,60	0,000	-62,33**
P _{Olsen} - P _{ABDTPA}	8,98	0,000	5,78**
P _{Olsen} - P _{Morgan}	-4,50	0,000	-10,54**
P _{Olsen} - P _{Meh3}	-9,33	0,000	-28,39**
P _{Olsen} - P _{ÇLaktat}	-8,65	0,000	-61,29**
P _{Olsen} - P _{CaLaktat}	-9,43	0,000	-42,84**
P _{Olsen} - P _{AAE10}	-7,55	0,000	-52,33**
P _{ABDTPA} - P _{Morgan}	-7,20	0,000	-16,31**
P _{ABDTPA} - P _{Meh3}	-10,02	0,000	-34,17**
P _{ABDTPA} - P _{ÇLaktat}	-9,33	0,000	-67,06**
P _{ABDTPA} - P _{CaLaktat}	-10,33	0,000	-48,62**
P _{ABDTPA} - P _{AAE10}	-8,24	0,000	-58,11**
P _{Morgan} - P _{Meh3}	-6,11	0,000	-17,86**
P _{Morgan} - P _{ÇLaktat}	-9,34	0,000	-50,75**
P _{Morgan} - P _{CaLaktat}	-11,09	0,000	-32,31**
P _{Morgan} - P _{AAE10}	-8,07	0,000	-41,80**
P _{Meh3} - P _{ÇLaktat}	-5,59	0,000	-32,89**
P _{Meh3} - P _{CaLaktat}	-4,75	0,000	-14,45**
P _{Meh3} - P _{AAE10}	-4,15	0,000	-23,94**
P _{ÇLaktat} - P _{CaLaktat}	4,60	0,000	18,44**
P _{ÇLaktat} - P _{AAE10}	2,34	0,022	8,95*
P _{CaLaktat} - P _{AAE10}	-2,36	0,021	-9,49*

Farklı yarayışlı P ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif P belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular Çizelge 4.53. ve Ek Çizelge 1’de verilmektedir.

Çizelge 4.53. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif P Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
Bingham	P _{ICP}	0,42	21,86	5,06	4,96
	P _{Spek-MM}	0,24	20,92	5,15	5,04
Olsen	P _{ICP}	1,70	59,52	15,05	14,08
	P _{Spek-MM}	1,38	66,03	14,40	14,50
AB-DTPA	P _{ICP}	0,40	37,18	9,27	10,00
	P _{Spek-MM}	0,36	34,55	9,01	9,71
Morgan	P _{ICP}	2,52	101,03	25,59	22,21
	P _{Spek-MM}	2,55	95,63	25,29	21,88
Mehlich 3	P _{ICP}	3,30	176,36	43,45	35,96
	P _{Spek-MM}	3,15	195,23	43,92	37,75
Çifte Laktat	P _{ICP}	4,56	319,99	76,34	63,25
	P _{Spek-MM}	5,64	299,65	75,54	61,52
Ca Laktat	P _{ICP}	9,29	197,32	57,90	43,50
	P _{Spek-MM}	9,96	185,45	57,98	43,45
AAE10	P _{ICP}	8,40	321,11	67,38	62,42
	P _{Spek-MM}	7,46	356,97	67,95	65,38

Bingham toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 0,42-21,86 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 0,24-20,92 mg/kg yarayırlı P, Olsen toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 1,70-59,52 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 1,38-66,03 mg/kg yarayırlı P, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 0,40-37,18 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 0,36-34,55 mg/kg yarayırlı P, Morgan toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 2,52-101,03 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 2,55-95,63 mg/kg yarayırlı P, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 3,30-176,36 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 3,15-195,23 mg/kg yarayırlı P, Çifte Laktat toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 4,56-319,32 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 5,64-299,65 mg/kg yarayırlı P, Ca Laktat toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu kullanılarak 9,29-197,32 mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 9,96-185,45mg/kg yarayırlı P ve AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise P_{ICP} metodu kullanılarak 8,40-321,11mg/kg, $P_{Spek-MM}$ metodu kullanılarak 7,46-356,97 mg/kg yarayırlı P miktarları belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.53.).

Kantitatif belirleme metotları arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayırlı P ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} ve $P_{Spek-MM}$ kantitatif P belirleme metotları uygulanarak bulunan P miktarları arasındaki en yüksek ilişki $P_{Morgan} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$ metotları arasında, en düşük ilişki ise $P_{Meh3} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$ ve $P_{ÇLaktat} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$ metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.54.).

Çizelge 4.54. Farklı kantitatif yarayırlı P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$P_{Bingham} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 0,062 + 0,969 \cdot P_{Spek-MM}$	0,985**
$P_{Olsen} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 1,241 + 0,959 \cdot P_{Spek-MM}$	0,988**
$P_{ABDTPA} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 0,054 + 1,023 \cdot P_{Spek-MM}$	0,994**
$P_{Morgan} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 0,037 + 1,010 \cdot P_{Spek-MM}$	0,995**
$P_{Meh3} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 1,981 + 0,944 \cdot P_{Spek-MM}$	0,991**
$P_{ÇLaktat} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = -0,628 + 1,019 \cdot P_{Spek-MM}$	0,991**
$P_{CaLaktat} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 0,695 + 0,986 \cdot P_{Spek-MM}$	0,985**
$P_{AAE10} / P_{ICP} \times P_{Spek-MM}$	$P_{ICP} = 3,375 + 0,942 \cdot P_{Spek-MM}$	0,987**

Farklı yarayışlı P toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif P belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayışlı P değerleri arasındaki farkların $P_{\text{Olsen}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$ dışında istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.55.).

Çizelge 4.55. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı P (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔP (mg/kg)
$P_{\text{Bingham}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	-0,099	-0,927	0,357 ^{öd}
$P_{\text{Olsen}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	0,656	1,235	0,018*
$P_{\text{ABDTPA}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	0,262	1,888	0,063 ^{öd}
$P_{\text{Morgan}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	0,294	1,117	0,268 ^{öd}
$P_{\text{Meh3}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	-0,471	-0,746	0,458 ^{öd}
$P_{\text{ÇLaktat}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	0,796	0,764	0,448 ^{öd}
$P_{\text{CaLaktat}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	-0,088	-0,098	0,922 ^{öd}
$P_{\text{AAE10}} / P_{\text{ICP}} - P_{\text{Spek-MM}}$	-0,570	-0,433	0,666 ^{öd}

Çizelge 4.50.'de bulunan ve farklı ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen yarayışlı P sonuçlarının birbirinden farklı olduğu görülmektedir. Farklı ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı P sonuçları arasında farklılıkların olduğu bilinmektedir (Leppin, 2007; Stünzi, 2006; Sparks et al., 1996; Zhu et al., 2016; Alva, 1993; Bates, 1990; Beegle and Oravec, 1990; Raij, 2008; Kleinman et al., 2001). Toprakların yarayışlı P içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak kullanılan P ekstraksiyon yöntemlerinin toprakta bulunan hangi P fraksiyonları üzerinde etkili olduğu ve hangi fraksiyonları etkileyerek bir başka ifade ile çözünebilir hale getirerek etki ettiği dolayısıyla toprakta bulunan hangi P fraksiyonundan ne miktarda P'yi ekstrakte etme kabiliyetin olduğu bilinmemektedir (Leppin, 2007). Kullanılan P ekstraksiyon yönteminin başarısı bu nedenle kurulan bitki denemeleri ile belirlenmeye çalışılmıştır. Bu amaca yönelik olarak gerçekleştirilen kalibrasyon denemelerinde kullanılan bitkinin P içerikleri baz alınmış ve yöntemlerin toprakta bulunan P elementinin yarayışlılık durumlarının kategorize edilmesi sırasında topraktaki hangi fraksiyonda bulunan P'nin ekstraksiyon yöntemi ile belirlendiği ile ilgilenilmemiş ve toptancı bir bakış açısı tercih edilmiştir (Leppin, 2007). Bu durum özellikle aynı materyal ile gerçekleştirilen ve farklı ekstraksiyon yöntemlerinin kullanıldığı yöntemlerin uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı P değerlerinin farklılaşması ile daha belirgin hale gelmiştir.

P_{Bingham} yönteminde saf su kullanılarak ekstraksiyon işlemi yapılmaktadır. Örneğin çalkalanma süresi 10 dk olup toprak/çözelti oran 10 olacak şekilde uygulanmaktadır. Bu yöntemin uygulanması sonucunda toprakta bulunan ve suda

çözünürlüğü yüksek olan $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ bileşiğinin ekstrakte edildiği, adsorbe haldeki fosfatlar ile zor çözünür halde bulunan fosfatların ekstrakte edilemediği, ayrıca organik fosfatlarında örneklerin organik karbon içeriklerinin ortalama %1,83 değerinde bulunması örneklerin içerisinde bulunabilecek organik fosfatların bulunma olasılığını düşürdüğü düşünülmektedir. Bunun yanında P_{Bingham} yönteminde uygulanan çalkalama süresinin de 10 dk olduğu düşünüldüğünde yalnızca saf su kullanılarak uygulanan yöntemle toprak örneklerinde bulunan yalnızca suda çözünebilir P fraksiyonlarının ekstrakte edilebildiğinden kaynaklanmakta olduğu ve söz konusu yöntemle bulunan yarayıslı P değerlerinin karşılaştırılan 8 yönteme kıyasla en düşük miktarda bulunması üzerinde etken olduğu düşünülmektedir. P_{ABDTPA} yönteminin uygulanmasında kullanılan 1 M NH_4HCO_3 + 0,005 M DTPA (pH=7,6) çözeltisi içerisinde bulunan HCO_3^- iyonları toprakta bulunan Ca-fosfatlar ve bazı Al-fosfat bileşiklerinin yapısına etki etmek suretiyle bu fraksiyonlarda bulunan fosfatların ekstraksiyonunu da imkân sağlamaktadır (Kou, 1986; Crane et al., 2006; Mehlich, 1978; Wang et al., 2004; Zhu et al., 2016). Suda çözünebilir P bileşikleri yanında Ca-fosfatlar ve bazı Al-fosfatları da toprak çözeltisinde çözünebilir forma dönüştüren AB-DTPA çözeltisi ile P_{Bingham} yöntemine kıyasla daha fazla P ekstrakte edilebilmiştir. Bu nedenle $P_{\text{Bingham}} > P_{\text{ABDTPA}}$ olarak gerçekleşmiştir. P_{Olsen} yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisi P_{ABDTPA} yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisiyle karşılaştırıldığında çözeltilerin toprakta bulunan aynı P fraksiyonlarını ekstrakte etmektedirler. En önemli fark iki yöntem arasında bulunan ekstraksiyon süresi farkı¹⁶ yanında toprak/çözelti oranlarında¹⁷ bulunmaktadır. P_{Olsen} yönteminin ayrıca ekstraksiyon pH değeri 8,5 değerine ayarlanmakta ve bu değer P_{ABDTPA} çözeltisinin pH değerine kıyasla 0,9 birim pH daha yüksek olmaktadır. Ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerlerinin P ekstraksiyon işlemleri sırasında çok önemli bir faktör olduğu ve ekstraksiyon çözeltisinin pH değeri yükseldikçe ekstrakte edilebilir yarayıslı P miktarının da artmakta olduğu rapor edilmektedir (Burnham and Lopez-Hernandes, 1982; Mengel, 1991; Kacar ve Katkat, 1997). P_{ABDTPA} yönteminde ekstraksiyon işleminde kullanılan çözeltinin toprak örneği üzerinde oluşturduğu HCO_3^- iyonu şiddeti P_{Olsen} yönteminde meydana gelen HCO_3^- iyonu şiddetinden daha düşüktür. Bu durumda P_{Olsen} yöntemiyle topraktan daha fazla P ekstrakte edilmesine yol açtığı düşünülmektedir. Ayrıca P_{Olsen} yönteminde kullanılan 0,5 M NaHCO_3 çözeltisi toprak ekstraksiyonu sırasında toprakta bulunan Ca-fosfat ve bazı Al-fosfat bileşiklerinin ekstraksiyonunu sağlamaktadır (Kou, 1996; Crane et al., 2006; Mehlich, 1978; Wang et al., 2004; Zhu et al., 2016). P_{Olsen}

¹⁶ P_{ABDTPA} ekstraksiyon süresi: 15 dk, P_{Olsen} Ekstraksiyon süresi: 30 dk'dır.

¹⁷ P_{ABDTPA} toprak/ekstraksiyon çözeltisi oranı= 1/2, P_{OLSEN} toprak/ekstraksiyon çözeltisi oranı= 1/20'dir.

yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin bu nedenle de CaCO_3 içeren topraklarda azımsanmayacak miktarlarda bulunan Ca-fosfatlar ve bazı Al-fosfatları da toprak çözeltisinde çözünebilir forma dönüştürdüğü ve bunu P_{ABDTPA} yöntemine kıyasla daha fazla oranda gerçekleştirmiş olabileceği de düşünülmektedir (Kou, 1996; Crane et al., 2006; Mehlich, 1978; Wang et al., 2004; Zhu et al., 2016). P_{Olsen} yöntemi ile ekstraksiyon sırasında ayrıca ekstraksiyon sırasında ortamda bulunan Ca^{+2} iyonlarının CaCO_3 şeklinde çözelti oluşturması sağlanmaktadır. Bu olay çözeltide ekstraksiyon sırasında ortamda çözünür halde bulunan Ca^{+2} iyonlarının derişimini azaltmakta dolayısıyla toprakta bulunan Ca-fosfatların çözünmesini olumlu yönde pozitif olarak etkilemektedir (Hoffmann, 1991). P_{Morgan} ekstraksiyon çözeltisi 0,62 N NH_4OH + 1,25 N CH_3COOH (pH=4,8) meydana gelmektedir. P_{Morgan} çözeltisi iyi tamponlanmış zayıf asidik bir çözeltidir (Wolf and Beegle, 2009). Toprakların pH değeri ne kadar yüksek olursa toprakta bulunan Ca-fosfatlarında suda çözünürlüğü o oranda azalış göstermektedir (Mengel, 1991; Schachtschabel et al., 1984). İyi tamponlanmış haldeki P_{Morgan} yöntemin uygulanması sırasında ekstraksiyon işlemi sırasında süspansiyonun pH değeri değişmemekte ve yöntemin öngördüğü pH=4,8 değerine yakın seyretmektedir. Dolayısıyla çözeltisi toprak örneği içerisinde bulunan Ca-fosfatların çözünürlüğünü arttırıcı yönde olumlu etki oluşmaktadır. Bu durum P_{Morgan} yöntemiyle ekstrakte edilebilir P değerlerinin P_{Bingham} , P_{ABDTPA} ve P_{Olsen} yöntemine kıyasla daha fazla bulunmasına yol açtığı düşünülmektedir. P_{Morgan} çözeltisi içerisinde bulunan ve 0,62 N NH_4OH 'dan gelen OH^- iyonlarının aynı zamanda Fe-fosfat bileşiklerinin çözünürlüğünü arttırıcı yönde etkilediği dolayısıyla Fe-fosfat şeklinde çözünmez halde bulunan ve sözü edilen diğer üç P ekstraksiyon yönteminin ekstrakte edemediği fosfatlarında çözeltiye geçtiği ve sonucunda P değerlerinin yüksek elde edilmesine yol açtığı düşünülmektedir (Sparks et al., 1996). P_{Meh3} yönteminde ekstraksiyon çözeltisi olarak 0,25 N NH_4NO_3 + 0,2 N CH_3COOH + 0,015 N NH_4F + 0,013 N HNO_3 + 0,001 M EDTA (pH=2,5) karışımı kullanılmaktadır. P_{Meh3} yönteminde ekstraksiyon çözeltisinde bulunan F^- iyonu fosfatları zor çözünür hale getiren Al/Fe-Oksitlerin ve hidroksitlerin absorpsiyonundan orta fosfatların dissosiasyonunu arttırmak suretiyle çözünebilir hale dönüşümünü sağlamaktadır (Mylavarapu et al., 2014b; Zhu et al., 2016). Çözeltide bulunan CH_3COOH ekstraksiyon sırasında pH'yi tamponlayarak pH=2,5 seviyesinde kalmasını sağlamakta ve bu sayede Ca ile F iyonlarının birleşik oluşturarak çökmesini engellemektedir. Bu durum aynı zamanda ekstraksiyon süresince CaSO_4 oluşumu ve dolayısıyla pH değerinin CaSO_4 oluşumu ile yükselmesinin de önüne geçmektedir (Mehlich, 1978; Wang et al., 2004; Zhu et al., 2016). Bu durum P_{Meh3} ekstraksiyon yönteminin topraktan P ekstraksiyon kabiliyetini arttırıcı yönde etki

etmektedir. $P_{CaLaktat}$ ekstraksiyon yönteminde pH'sı 4,1'e ayarlanan $C_6H_{10}CaO_6.5H_2O + (CH_3COO)Ca.H_2O + CH_3COOH$ çözeltisi kullanılmaktadır. Söz konusu ekstraksiyon çözeltisinin Ca^{+2} derişimi $P_{ÇLaktat}$ yönteminde kullanılan $C_6H_{10}CaO_6.5H_2O$ çözeltisindeki Ca^{+2} derişimine kıyasla daha yüksektir (Hoffmann, 1991). Bu nedenle $P_{CaLaktat}$ ekstraksiyon yönteminde gerçekleştirilen ekstraksiyonlar sırasında toprak örneklerinin kireçte içermesi durumunda (nötr ve alkalın reaksiyonlu topraklar) toprakta bulunan apatitlerin çözünürlüğü etkilenmemektedir. Bu durum $P_{CaLaktat}$ yönteminin $P_{ÇLaktat}$ yöntemine kıyasla daha az P ekstrakte etmesine yol açmaktadır (Hoffmann, 1991; Leppin, 2007). $P_{CaLaktat}$ ekstraksiyon çözeltisi ayrıca $P_{ÇLaktat}$ yönteminde kullanılan çözeltiye kıyasla daha fazla tamponlanmış bir çözeltidir. Bu durumda $P_{CaLaktat}$ yöntemiyle ekstraksiyon sırasında ekstraksiyon çözeltisinin pH değerinin korunmasına ve pH=4,1 seviyesinde kalmasına yol açmaktadır (Schüller, 1969; Hoffmann, 1991). Bilindiği üzere apatitlerin çözünürlüğü pH değeri düştükçe artmaktadır (Leppin, 2007; Schachtschabel et al., 1984). Ancak di-kalsiyum fosfatın çözünürlüğü aynı pH değerinde okta kalsiyum fosfata kıyasla daha az, okta kalsiyum fosfatın ki ise apatite kıyasla daha azdır. Yani aynı belirli bir pH değerindeki apatitin çözünürlüğü di-kalsiyum fosfatın ve okta kalsiyum fosfattan daha yüksek olmaktadır (Schachtschabel et al., 1984). $P_{ÇLaktat}$ ekstraksiyon yöntemi ekstraksiyon çözeltileri arasında en düşük pH değerine ayarlanmış yöntem olmamasına karşın ekstrakte edilebilir P değerleri bakımından en yüksek değerleri veren yöntem olmuştur. Bunda ekstraksiyon yönteminin uygulanmasında 90 dk süre ile gerçekleştirilen ekstraksiyon işleminin neden olduğu düşünülmektedir. P_{AAE10} ekstraksiyon çözeltisi 0,5 M $NH_4OAc + 0,02$ M EDTA (pH=4,65) kullanılarak hazırlanmaktadır. Çözeltide bulunan asetik asit %25 kadar kireç içeren topraklardaki kirecin tamamını çözebilmektedir. EDTA ise çözelti içerisinde bulunan Ca^{+2} iyonlarının ancak %2'sını şelatlayabilmektedir. Bu durum özellikle kireç içeriği yüksek topraklarda EDTA'nın etkinliğini ortadan kaldırmakta ve ekstrakte edilebilen P miktarının azalmasına neden olmaktadır (Stünzi, 2006). P_{AAE10} ekstraksiyon yönteminde ekstraksiyon çözeltisinin pH değerindeki düşüklük toprakta bulunan ve çözünmesi zor olan P minerallerinin de çözünmesine yol açmaktadır. Bunun yanında $COOH^-$ iyonu adsorbe halde bulunan P'nin çözeltiye geçmesinde etkili olmaktadır. EDTA ekstraksiyon sırasında Ca^{+2} iyonu ile şelat oluşturmakta ve çözeltide bulunan Ca^{+2} iyonlarının derişimini azaltıcı yönde etki etmektedir (Stünzi, 2006). Düşük ekstraksiyon pH'sı (iyi tamponlanmış), EDTA ile Ca^{+2} iyonlarının derişimin azaltılması, $COOH^-$ iyonları yardımıyla adsorbe edilmiş P'nin çözeltiye geçirilebilmesi ve 60 dk süren çalkalama işlemi nedeniyle P_{AAE10} yöntemi $P_{ÇLaktat}$ yönteminin ardından topraktan en fazla P ekstrakte edilebilen yöntem olmuştur.

$P_{\text{ÇLaktat}}$ yönteminin en yüksek ekstrakte edilebilir P miktarlarının elde edilmesi üzerinde çalkalama süresi¹⁸ ve toprak/çözelti¹⁹ oranındaki yüksekliğinde rol oynadığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.53.'de uygulanan farklı P ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif P belirleme metodunun uygulanması ile bulunan P değerleri izlendiğinde; P_{Olsen} yöntemi ve P_{ABDTPA} yönteminde gerçekleştirilen belirlemeler arasında farklılık olduğu ve söz konusu farklılığın P_{ICP} belirlemeleri lehinde pozitif yönde²⁰ gelişmiş olduğu görülmektedir. Çizelge 4.54.'de ise söz konusu ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği P değerlerinin uygulanan nicel P tayin metoduna göre aralarındaki ilişkiye bakılmış ve P_{Olsen} ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde P_{ICP} metodu uygulanarak bulunan P değerleri ile $P_{\text{Spek-MM}}$ metodu uygulanarak bulunan P değerleri arasında istatistiki yönden %95 seviyesinde önemli ilişki olduğu tespit edilmiştir. P_{ABDTPA} yöntemiyle de her iki metod arasında bir fark olduğu ancak söz konusu farkın istatistiki yönden önemli düzeyde olmadığı görülebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.55.). P_{Olsen} yönteminin ekstraksiyon pH'sı 8,5'e ayarlanarak gerçekleştirilmektedir. Choudhri and Stevenson (1957), organik maddenin toprak örneklerinin ekstraksiyonu sırasında kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin pH değerinin artışına bağlı olarak organik madde ekstraksiyon oranının artmakta olduğunu bildirmektedirler. P_{Olsen} yöntemi ekstraksiyon prosedürleri arasında en yüksek pH değerine sahip yöntemdir. Bu nedenle söz konusu yöntem ile gerçekleştirilen ekstraksiyon sırasında en yüksek oranda organik maddenin ekstraksiyon çözeltisine geçtiği düşünülmektedir. Bu durum söz konusu ekstraksiyon yönteminin ekstraksiyonu sırasında ekstraksiyon çözeltilerinin sarımsı açık kahverengi renkte olamasıyla da teyit²¹ edilmiştir. $P_{\text{Spek-MM}}$ metodunda ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan P asidik koşullar altında (1): $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow (\text{H}_2\text{MoO}_4)$ ($\text{pH} < 1$) $\Rightarrow$ (2): $\text{PO}_4^{3-} + 12 \text{H}_2\text{MoO}_4 + 3\text{H}_3\text{O}^+ \rightarrow \text{H}_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4] + 15\text{H}_2\text{O} \Rightarrow$ (3): $\text{H}_3\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4 \rightarrow \text{H}_7\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4$ (fosfor molibden mavi renkli) denklemlerindeki reaksiyonlara girerek spektrofotometrik olarak belirlenmektedir (Olsen, 1992). $P_{\text{Spek-MM}}$ metodu reaksiyon denklemlerinde de görülebileceği üzere söz konusu reaksiyonların gerçekleşmesi için PO_4^{3-} iyonu dışındaki bir formda bulunan P ile bu mümkün olamamaktadır. P_{ICP} metodunda ICP-OES cihazında belirleme sırasında oluşan plazmanın ortalama sıcaklığı 6.000 ila 10.000 °K arasında değişim gösterebilmektedir (Soltanpour et al., 1979; Fassel

¹⁸ 90 dk

¹⁹ 1/20

²⁰ $P_{\text{Olsen}}/P_{\text{ICP}} = 15,05$, $P_{\text{Olsen}}/P_{\text{Spek-MM}} = 14,40$

²¹ Ekstraksiyon çözeltisi en renkli (sarımsı kahverengi) ekstraksiyon yöntemi olduğu gözlenmiştir.

and Kniseley, 1974). P_{Olsen} yöntemi sırasında uygulanan ekstraksiyon işlemi sırasında elverişli pH değeri yüzünden toprak örneğinden diğer ekstraksiyon yöntemlerine nazaran daha iyi ekstrakte olabilen organik madde içerisindeki humik asit ve fulvik asit fraksiyonları ile kompleks oluşturmak suretiyle bulunan organik fosfat bileşiklerinin de ekstrakte edildiği (Schachtschabel et al., 1984) ve P_{ICP} metodu ile belirleme sırasında plazmaya ulaşan organik fosfatlarında plazmada meydana gelen yüksek sıcaklıklar nedeniyle iyonize olması ve sonrasında uyarılması sonucunda fazladan emisyonu yol açtığı ve bu sebepten ötürü P_{Olsen} ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraktlarda P_{ICP} metodu gerçekleştirilerek bulunan P miktarlarının $P_{Spek-MM}$ metoduna kıyasla daha fazla belirlendiği düşünülmektedir.

Araştırmada toprak örneklerinin yarayışlı P içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı P içerik miktarları arasındaki ilişkiler Kleinman et al. (2001), Elrashidi et al. (2003), Kadeba and Boyle (1978), Katterings et al. (2001), Labhsetwar and Soltanpour (1985), Maguire and Sims (2002), Matejovic and Durackova (1994), Mehlich (1978), Orphanos (1978), Roger et al. (2014), Soltanpour and Schwab (1977), Wuenscher et al. (2015), Galantini (2007) ve Zbiral and Nemec (2002) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan ilişkilerin benzer yönde olduğu, toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan P elementinin kantitatif olarak belirlenmesi için kullanılan metotlar arasındaki ilişkilerin ise Adesanwo et al. (2013), Soltanpour et al. (1979) ve Young et al. (2017) tarafından bulunan ilişkiler ile aynı paralellikte olduğu tespit edilmiştir. Çalışmada seçilen alanlardan alınan toprak örneklerinin yarayışlı P içerik miktarlarının ise Ateş (2016), Yener vd. (2002), Atalay ve Anaç (1991), Aydın vd. (2005) ve Kuştutan vd. (2017) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda yarayışlı P değerlerine benzer miktarlarda bulunduğu belirlenmiştir.

4.2.1.2. Yarayırlı Sodyum (Na):

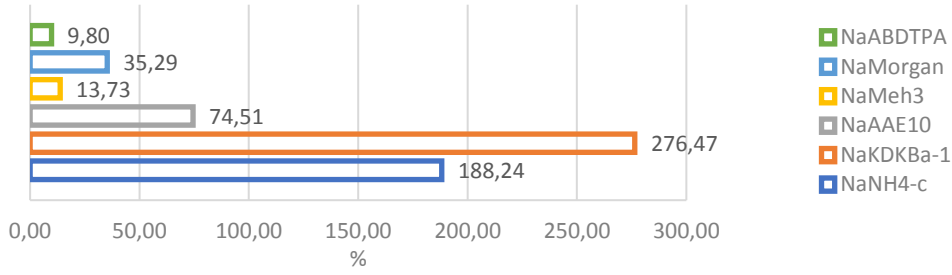
Toprak 6rneklerinin yarayırlı Na ieriklerinin belirlenmesine y6nelik olarak 7 farklı toprak ekstraksiyon y6ntemi uygulanmıř ve elde edilen sonular izelge 4.56. ve Ek izelge 1’de verilmiřtir.

izelge 4.56. Yarayırlı Na sonuları (mg/kg)

Ekstraksiyon Y6ntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Na _{NH₄OAc}	12	198	51	41
Na _{ABDTPA}	7	198	56	44
Na _{Morgan}	9	213	69	48
Na _{Meh3}	14	202	58	42
Na _{AAE10}	22	290	89	64
Na _{KDKBa-1}	95	682	192	110
Na _{NH₄-c}	89	376	147	62

Farklı ekstraksiyon y6ntemleri uygulanarak bulunan yarayırlı Na deęerlerinin; Na_{NH₄OAc} y6ntemiyle 12-198 mg/kg, Na_{ABDTPA} y6ntemiyle 7-198 mg/kg, Na_{Morgan} y6ntemiyle 9-213 mg/kg, Na_{Meh3} y6ntemiyle 314-202 mg/kg, Na_{AAE10} y6ntemiyle 22-290 mg/kg, Na_{KDKBa-1} y6ntemiyle 95-682 mg/kg ve Na_{NH₄-c} y6ntemiyle ise 89-376 mg/kg deęerleri arasında deęiřim g6sterdięi belirlenmiřtir. Bulunan ortalama yarayırlı Na sonularına g6re y6ntemler; Na_{NH₄OAc} < Na_{ABDTPA} < Na_{Meh3} < Na_{Morgan} < Na_{AAE10} < Na_{NH₄-c} < Na_{KDKBa-1} řeklinde sıralanmıřtır. Elde edilen ortalama yarayırlı Na sonularına g6re en d6řuk yarayırlı Na miktarları Na_{NH₄OAc} y6ntemiyle, en y6ksek yarayırlı Na miktarlarının ise Na_{KDKBa-1} y6ntemiyle belirlendięi g6r6lmektedir (izelge 4.56.).

Na_{NH₄OAc} ekstraksiyon y6ntemiyle elde edilen yarayırlı Na deęerlerinin referans deęerleri olarak kabul edildięi durumda, Na_{ABDTPA} ekstraksiyon y6ntemiyle %9,80 oranında, Na_{Morgan} ekstraksiyon y6ntemiyle %35,29 oranında, Na_{Meh3} ekstraksiyon y6ntemiyle %13,73 oranında, Na_{AAE10} ekstraksiyon y6ntemiyle %74,51 oranında, Na_{KDKBa-1} ekstraksiyon y6ntemiyle %276,47 oranında ve Na_{NH₄-c} ekstraksiyon y6ntemiyle ise %188,24 oranında daha y6ksek yarayırlı Na deęerlerinin bulunduęu g6r6lmektedir (Bkz. Grafik 4.10.).

Grafik 4.10. NaNH_4OAc değerlerine göre $\% \Delta \text{Na}$ 

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Na ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Na değerleri arasındaki en yüksek ilişki NaNH_4OAc X NaABDTPA ekstraksiyon yöntemleri arasında en düşük ilişki ise NaABDTPA X NaKDKBa-1 ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Çizelge 4.57.).

Çizelge 4.57. Yarayışlı Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
NaNH_4OAc X NaABDTPA	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -0,929 + 0,924 * \text{NaABDTPA}$	0,991**
NaNH_4OAc X NaMeh3	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -6,096 + 0,977 * \text{NaMeh3}$	0,984**
NaABDTPA X NaAAE10	$\text{NaABDTPA} = -4,511 + 0,678 * \text{NaAAE10}$	0,981**
NaNH_4OAc X NaAAE10	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -5,532 + 0,632 * \text{NaAAE10}$	0,980**
NaABDTPA X NaMeh3	$\text{NaABDTPA} = -4,553 + 1,039 * \text{NaMeh3}$	0,977**
NaMeh3 X NaAAE10	$\text{NaMeh3} = 1,744 + 0,633 * \text{NaAAE10}$	0,975**
NaMorgan X NaAAE10	$\text{NaMorgan} = 3,819 + 0,730 * \text{NaAAE10}$	0,972**
NaMorgan X NaMeh3	$\text{NaMorgan} = 3,637 + 1,121 * \text{NaMeh3}$	0,970**
NaNH_4OAc X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -43,300 + 0,643 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,963**
NaNH_4OAc X NaMorgan	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -6,113 + 0,826 * \text{NaMorgan}$	0,962**
NaABDTPA X NaMorgan	$\text{NaABDTPA} = -4,886 + 0,883 * \text{NaMorgan}$	0,959**
NaABDTPA X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaABDTPA} = -44,057 + 0,684 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,955**
NaMeh3 X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaMeh3} = -34,592 + 0,634 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,943**
NaAAE10 X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaAAE10} = -53,093 + 0,972 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,939**
NaMorgan X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaMorgan} = -35,095 + 0,711 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,914**
NaAAE10 X NaKDKBa-1	$\text{NaAAE10} = -8,382 + 0,509 * \text{NaKDKBa-1}$	0,874**
NaNH_4OAc X NaKDKBa-1	$\text{NaNH}_4\text{OAc} = -11,260 + 0,324 * \text{NaKDKBa-1}$	0,862**
NaMeh3 X NaKDKBa-1	$\text{NaMeh3} = -4,038 + 0,325 * \text{NaKDKBa-1}$	0,859**
NaKDKBa-1 X $\text{NaNH}_4\text{-c}$	$\text{NaKDKBa-1} = -30,599 + 1,520 * \text{NaNH}_4\text{-c}$	0,854**
NaMorgan X NaKDKBa-1	$\text{NaMorgan} = -2,497 + 0,373 * \text{NaKDKBa-1}$	0,852**
NaABDTPA X NaKDKBa-1	$\text{NaABDTPA} = -9,559 + 0,342 * \text{NaKDKBa-1}$	0,849**

Na ekstraksiyon yöntemleri arasındaki ilişkiler incelendiğinde; tüm yöntem kombinasyonları arasındaki korelasyonların %99 seviyesinde anlamlı olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.57.).

Farklı Na ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Na sonuçlarının arasındaki farkların NaABDTPA - NaMeh3 yöntemleri arasında önemsiz, diğer ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda ekstraksiyon

çözeltilerinde belirlenen Na miktarları arasındaki farkların ise %99 seviyesinde önemli olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.58.).

Çizelge 4.58. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Na (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔNa
NaNH ₄ OAc - NaABDTPA	-6,55	0,000	-5**
NaNH ₄ OAc - NaMorgan	-10,59	0,000	-18**
NaNH ₄ OAc - NaMeh3	-8,30	0,000	-7**
NaNH ₄ OAc - NaAAE10	-12,66	0,000	-38**
NaNH ₄ OAc - NaKDKBa-1	-15,04	0,000	-141**
NaNH ₄ OAc - NaNH ₄ -c	-31,80	0,000	-96**
NaABDTPA - NaMorgan	-7,76	0,000	-13**
NaABDTPA - NaMeh3	-1,92	0,060	-2 ^{öd}
NaABDTPA - NaAAE10	-12,27	0,000	-33**
NaABDTPA - NaKDKBa-1	-14,71	0,000	-136**
NaABDTPA - NaNH ₄ -c	-31,53	0,000	-90**
NaMorgan - NaMeh3	6,90	0,000	11**
NaMorgan - NaAAE10	-8,12	0,000	-20**
NaMorgan - NaKDKBa-1	-13,78	0,000	-123**
NaMorgan - NaNH ₄ -c	-24,10	0,000	-78**
NaMeh3 - NaAAE10	-10,13	0,000	-31**
NaMeh3 - NaKDKBa-1	-14,25	0,000	-134**
NaMeh3 - NaNH ₄ -c	-27,35	0,000	-88**
NaAAE10 - NaKDKBa-1	-13,56	0,000	-103**
NaAAE10 - NaNH ₄ -c	-21,20	0,000	-57**
NaKDKBa-1 - NaNH ₄ -c	5,72	0,000	46**

Kantitatif analiz metotları arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayışlı Na ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Na belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular Çizelge 4.59. ve Ek Çizelge 1’de verilmektedir.

Çizelge 4.59. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
NH ₄ OAc	Na _{ICP}	12	198	51	41
	Na _{Alev}	11	214	60	47
AB-DTPA	Na _{ICP}	7	198	56	44
	Na _{Alev}	6	190	56	43
Morgan	Na _{ICP}	9	213	69	48
	Na _{Alev}	12	201	70	47
Mehlich 3	Na _{ICP}	14	202	58	42
	Na _{Alev}	15	195	57	41
AAE10	Na _{ICP}	22	290	89	64
	Na _{Alev}	20	280	89	63
KDKBa-1	Na _{ICP}	95	682	192	110
	Na _{Alev}	95	617	188	102
KDKNH ₄ -c	Na _{ICP}	89	376	146	62
	Na _{Alev}	80	370	146	61

NH₄OAc toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 12-198 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 11-214 mg/kg yarayırlı Na, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 7-198 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 6-190 mg/kg yarayırlı Na, Morgan toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 9-213 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 12-201 mg/kg yarayırlı Na, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 14-202 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 15-195 mg/kg yarayırlı Na, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 22-290 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 20-280 mg/kg yarayırlı Na, KDK_{Ba-1} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} metodu kullanılarak 95-682 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 95-617 mg/kg yarayırlı Na ve KDK_{NH4-c} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Na_{ICP} metodu kullanılarak 89-376 mg/kg, Na_{Alev} metodu kullanılarak 80-370 mg/kg yarayırlı Na miktarları belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.59.).

Farklı yarayırlı Na ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Na_{ICP} ve Na_{Alev} kantitatif Na belirleme metotları uygulanarak bulunan Na miktarları arasındaki en yüksek ilişki Na_{KDKBa-1} / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişki ise Na_{NH4OAc} / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.60.).

Çizelge 4.60. Farklı kantitatif yarayırlı Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Na _{NH4OAc} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,732 + 0,867*Na _{Alev}	0,981**
Na _{ABDTPA} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -1,300 + 1,019*Na _{Alev}	0,994**
Na _{Morgan} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -1,975 + 1,015*Na _{Alev}	0,993**
Na _{Meh3} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = 0,158 + 1,017*Na _{Alev}	0,992**
Na _{AAE10} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -1,799 + 1,023*Na _{Alev}	0,996**
Na _{KDKBa-1} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -9,945 + 1,075*Na _{Alev}	0,997**
Na _{KDKNH4-c} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,547 + 1,010*Na _{Alev}	0,994**

Farklı yarayırlı Na toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Na belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayırlı Na değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.61.).

Çizelge 4.61. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Na (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔNa (mg/kg)
Na _{NH4OAc} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-7,000	0,632	-8,66 ^{od}
Na _{ABDTPA} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-0,349	0,728	-0,21 ^{od}
Na _{Morgan} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-1,365	0,177	-0,93 ^{od}
Na _{Meh3} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,746	0,085	1,12 ^{od}
Na _{AAE10} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	0,357	0,722	0,26 ^{od}
Na _{KDKBa-1} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,899	0,205	4,12 ^{od}
Na _{KDKNH4-c} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,190	0,238	0,97 ^{od}

Çalışmada 1 N NH₄OAc (pH=7,00) çözeltisi yardımıyla gerçekleştirilen çözelti ile iki farklı uygulama gerçekleştirilmiştir. Bunlardan birincisi Na_{NH4OAc} yöntemidir. Bu yöntem farklı türlerdeki topraklarda değişebilir katyonların (Na, K, Ca ve Mg) ekstraksiyonunda kullanılan bir toprak ekstraksiyon yöntemidir. İkincisi ise (Na_{NH4-c}) Chapman (1965), tarafından önerilen KDK belirleme yöntemidir. Na_{NH4-c} yönteminde Na_{NH4OAc} yönteminden farklı olarak ekstraksiyon çözeltisinin toprak örneğine maruz kalma süresi 18-24 saati bulmaktadır. Bu nedenle Na_{NH4-c} yöntemiyle bulunan değişebilir Na miktarının Na_{NH4OAc} yöntemine kıyasla daha fazla olduğu düşünülmektedir. Schachtschabel et al. (1984), bünyesinde smektit kil minerali bulunan bir toprağın içerisinde NH₄⁺ iyonları içeren bir çözelti ile muamele edilmesi durumunda NH₄⁺ iyonlarının katyonları desorbe etme gücünün Na > K > Ca > Mg şeklinde olduğunu bildirmektedir. Bir başka ifade ile NH₄⁺ iyonları toprakta bulunan ve kil mineralleri üzerinde bulunan değişim yüzeyleri tarafından adsorbe edilmiş olan alkali ve toprak alkali katyonlardan öncelikle Na⁺ iyonlarını desorbe etmektedirler. Bu sebeple ekstraksiyon çözeltisine maruz kalma süresini de bu duruma dahil edildiğinde Na_{NH4-c} yöntemiyle ekstrakte edilebilen değişebilir Na miktarının Na_{NH4OAc} yöntemine kıyasla daha fazla çıkması doğal olarak meydana gelecektir. Ayrıca zamana bağlı olarak toprak örneği içerisinde bulunan 2:1 tabakalı kil minerallerinin hidrasyonuna bağlı olarak tabakalar arasında adsorbe halde bulunan ve Na_{NH4OAc} yöntemiyle uygulanan 30 dakikalık çalkalama süresi dahilinde Na_{NH4-c} yöntemindekine nazaran daha az hidrasyona uğramaları nedeniyle ağırlıklı olarak yüzeylerin kenarlarında adsorbe olan Na⁺ iyonlarının desorbe olabildiği dolayısıyla çözeltiye daha az oranda Na⁺ iyonu desorbsiyonuna neden olabileceği düşünülmektedir.

K ve Mg elementlerinin AB-DTPA yöntemi ile ekstrakte edilmesi sırasında çözeltide bulunan NH₄⁺ iyonlarının etkili olduğu ve söz konusu iyonun etkisinin Na elementinin ekstraksiyonu içinde geçerli olduğu düşünülmektedir. Na_{ABDTPA} yöntemi ile bulunan değişebilir Na değerleri Na_{NH4OAc} yöntemiyle bulunan

değerlere kıyasla büyük ancak diğer yöntemlere kıyasla daha düşük bulunmuştur. $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yöntemi $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yöntemine kıyasla %50 daha az çalkalama süresi ve 5 kat daha düşük bir toprak çözelti oranıyla uygulanmaktadır. Bu durum $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan ve Na^+ iyonunu adsorbe etmiş yüzeylerinden desorbe edecek olan NH_4^+ iyonu derişiminin $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yöntemine kıyasla daha az olmasına neden olmaktadır. Bu çerçevede $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yönteminin toprakta bulunan ve değişim yüzeylerinde adsorbe edilmiş halde bulunan Na^+ iyonlarını $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yöntemine kıyasla daha az desorbe edebildiği düşünülmektedir. NH_4^+ iyonu miktarındaki ve çalkalama süresindeki azlık birlikte etki etmek suretiyle $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yönteminin değişebilir yüzeylerden Na^+ iyonu desorbsiyonunu düşürmektedir.

$\text{Na}_{\text{Morgan}}$ yöntemiyle ortalama olarak 69 mg/kg değişebilir Na ekstrakte edilebilmiştir (Bkz. Çizelge 4.56.). Yöntemin toprak/çözelti oranı 1:5'dir. Çalkalama süresi 15 dakikadır. Ekstraksiyon yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin NH_4^+ iyonu derişimi $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ ve $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yöntemlerinde kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği NH_4^+ iyonu derişimine yakındır. Ekstraksiyon çözeltisinin pH'sı 4,8 değerine ayarlanmıştır. Ekstraksiyon çözeltisinin tamponlama kapasitesi ekstraksiyon işlemi süresince pH değerinin ayarlanan seviyede tutulmasını sağlayabilmektedir. Bu durum değişim yüzeyleri üzerinde adsorbe edilmiş halde bulunan Na^+ iyonlarının desorbsiyonu artırıcı yönde etki yapmasına yol açmıştır. Kil minerallerinin yük değerleri pH düşüşüne bağlı olarak azalabilmektedir. Yani değişim yüzeyleri üzerinde adsorbe edilebilen katyonların azalmasına yol açabilmektedir (Schachtschabel et al., 1984). Buda pH değeri düşük ekstraksiyon çözeltilerinin katyon desorbsiyonunu artırıcı yönde etki etmesine yol açmaktadır.

Na_{Meh3} ekstraksiyon yönteminin uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Na içerikleri $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ ve $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yöntemleri ile bulunan ortalama Na değerlerinden düşük ve $\text{Na}_{\text{Morgan}}$ değerlerinden yüksek bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.56.). Mehlich 3 yönteminin uygulanmasında örneklerin çalkalanma süresi 5 dakikadır. Toprak/çözelti oranı 1:10 oranında ayarlanmaktadır. Ekstraksiyon çözeltisinin pH değeri 2,5'e ayarlanmaktadır. Ekstraksiyon çözeltisi 0,25 N NH_4NO_3 + 0,2 N CH_3COOH + 0,015 N NH_4F + 0,013 N HNO_3 + 0,001 M EDTA karışımından meydana gelmektedir. Değişebilir yüzeylerde bulunan katyonların desorbsiyonu çözelti içerisinde bulunan NH_4^+ iyonları yardımıyla gerçekleşmektedir. Ekstraksiyon çözeltisinin NH_4^+ iyonu derişimi $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$, $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ ve $\text{Na}_{\text{Morgan}}$ ekstraksiyon çözeltilerine oranla daha düşüktür. Ancak

uygulanan ekstraksiyon çözeltisinin pH değeri uygulanan yöntemler arasında en düşük sevide olanıdır. Bu durum Na^+ 'nın desorbsiyonunu $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ ve $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yöntemlerine kıyasla arttırmıştır. Örnek çalkalama süresinin az olmasına karşın toprak/çözelti oranının yüksek olması ekstraksiyon çözeltisinin Na ekstraksiyon kabiliyetinin söz konusu iki yönteme göre ekstraksiyon çözeltisinin düşük pH değeri ile birlikte artmasına yol açtığı düşünülmektedir. Ancak bu durum $\text{Na}_{\text{Morgan}}$ yöntemine kıyasla daha düşük seviyede gerçekleşmiştir. Bu durum üzerinde ise $\text{Na}_{\text{Morgan}}$ çözeltisinde aslında üretilen NH_4OAc 'den kaynaklanmaktadır. Gerçekleşen nötralizasyon sonrasında ortamda fazladan CH_3COO^- iyonları kalmaktadır. Ekstraksiyon çözeltisinin pH değerinin 4,8'e ayarlanması sırasında CH_3COOH ilave edilmektedir. Bu sırada ortamda H^+ iyonlarının miktarı pH'sı 7,0'a ayarlanan $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$, pH'sı 7,6'ya ayarlanan $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ yöntemlerine kıyasla daha fazla olmaktadır. Bunun sonucunda H^+ iyonlarının da etkisiyle Na^+ iyonunun desorbsiyonunun yükselmiş olduğu düşünülmektedir.

Na_{AAE10} ekstraksiyon yönteminde 0,5 M CH_3COOH + 0,5 M NH_4OAc + 0,02 M EDTA (pH=4,65) çözeltisi kullanılmaktadır. Örneklerin çalkalanma süresi 60 dakika olup toprak/çözelti oranı 1:10 olarak ayarlanmaktadır. Söz konusu ekstraksiyon çözeltisinin NH_4^+ iyonu derişimi $\text{Na}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ ve $\text{Na}_{\text{ABDTPA}}$ ekstraksiyon çözeltilerine kıyasla yaklaşık %50 daha az, $\text{Na}_{\text{Morgan}}$ ekstraksiyon çözeltisine kıyasla yaklaşık %25 daha az ve Na_{Meh3} ekstraksiyon çözeltisi içinde bulunan NH_4^+ iyonu derişimine kıyasla %50 daha fazla miktarda bulunmaktadır. Söz konusu NH_4^+ iyonu derişimleri farklılığına Na_{AAE10} yönteminin aleyhine gözüküyor olsa da ekstraksiyon çözeltisinin pH değerinin 4,65 olması ve özellikle ekstraksiyon işlemi sırasında uygulanan çalkalama süresi ile birlikte 1:10 oranında uygulanan ekstraksiyon oranı söz konusu yöntemin Na^+ iyonu desorbsiyonu kapasitesini diğer yöntemlere göre artırmış olabileceği düşünülmektedir.

NH_4^+ iyonunun kullanıldığı ekstraksiyon yöntemlerinde değişim yüzeylerinde adsorbe edilmiş haldeki majör katyonların desorbsiyonu az veya çok oranda gerçekleşebilmektedir. NH_4^+ içeren ekstraksiyon çözeltileri kireç içeren topraklarda kirecin çözünmesine yol açabilir. Amonyum asetat çözeltisi içeriklerinde yüksek miktarda mika ve vermikulit içeren topraklarda değişebilir katyonların tamamını ekstrakte edemeyebilmektedir (Barshad, 1954a, b; Sparks et al., 1996). NH_4OAc çözeltisi aynı zamanda ara yüzeylerde bulunan Mg iyonlarını geri dönüşümsüz olarak desorbe edebilmektedir. Bu durum değişebilir Mg içeriklerinin fazla bulunmasına yol açabilmektedir (Fisher, 1963).

Çizelge 4.56. incelendiğinde; farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yarayırlı Na içerikleri verilmektedir. Ekstraksiyon yöntemleri bulunan yarayırlı Na içeriklerine göre $Na_{NH_4OAc} < Na_{ABDTPA} < Na_{Meh3} < Na_{Morgan} < Na_{AAE10} < Na_{NH_4-c} < Na_{KDKBa-1}$ olarak sıralanmıştır. En düşük değışebilir Na içerikleri 1 N NH_4OAc (pH=7,0) yöntemiyle elde edilmiştir. Na_{NH_4OAc} , Na_{ABDTPA} , Na_{Meh3} , Na_{Morgan} , Na_{AAE10} ve Na_{NH_4-c} ekstraksiyon yöntemlerinin tamamında toprakta bulunan değışim yüzeylerinde tutunmuş olan Na^+ iyonlarını desorbe etmek için NH_4^+ iyonları kullanılmakta ve tek basamakta ekstraksiyon yapılmaktadır. Buna karşın $Na_{KDKBa-1}$ yönteminde ise 0,5 N $BaCl_2.2H_2O$ çözeltisiyle ardışık tekrarlamalı ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmekte ve adsorbe edilmiş halde bulunan Na^+ iyonları Ba^{+2} iyonları tarafından desorbe edilmektedir. Toprakta aynı iyonik yüke sahip iyonların değışim yüzeyleri tarafından bir çözelti yardımıyla desorbsiyonu üzerinde iyonun hidrasyon çapının ve iyonun yüküne bağılı yük dağılımının büyük bir önemi bulunmaktadır. Bir başka ifade ile bir iyonun iyonik yük miktarı arttıkça ve hidrasyon çapı azaldıkça söz konusu iyonun değışim kompleksi üzerinde adsorbe olmuş bir diğeri iyonu desorbe etme kabiliyeti de o oranda artış göstermektedir (Schachtschabel et al., 1984). $Na_{KDKBa-1}$ ekstraksiyon yöntemi ile bulunan Na değerlerinin yöntemler arasında en yüksek değerlerde bulunmasının bu sebepten kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir. Ayrıca $Na_{KDKBa-1}$ ekstraksiyon yönteminde gerçekleştirilen ardışık tekrarlamalı ekstraksiyon işleminin de bu sonucun üzerinde etkili olan faktörlerden birisi olduğu düşünülmektedir.

Araştırmadan elde edilen bulgular çerçevesinde uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemleri ile topraktan ekstrakte edilebilen değışebilir Na değerlerinin farklı olduğu ve söz konusu farkların ise Çizelge 4.57.'de sunulan istatistiki değeriendirme sonucunda önemli olduğu dolayısıyla yöntemlere bağılı olarak bulunan Na değerlerinin uygulanan ekstraksiyon yöntemlerinin kendine has özelliklerinden kaynaklanmış olduğu ve bunun doğal olarak makul sayılabileceğı düşünülmektedir. Uygulanan ekstraksiyon yöntemleri toprak bünyesinde bulunan ve değışim yüzeylerinde adsorbe edilmiş halde bulunan Na^+ iyonlarını desorbe etme kabiliyetleri ve güçleri bakımından sıralandığında; $Na_{NH_4OAc} < Na_{ABDTPA} = Na_{Meh3} < Na_{Morgan} < Na_{AAE10} < Na_{NH_4-c} < Na_{KDKBa-1}$ olarak sıralandıkları tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.56., Çizelge 4.58.).

Çalışmada farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasıyla bulunan yarayırlı Na değerleri arasındaki ilişkilerin Schmisek et al. (1998), Eckert and Watson (1996), Wang et al. (2004) ve Sumner and Miller (1996) tarafından

gerçekleştirilen çalışmalardaki sonuçlara benzer yönde bulunduğu, çalışmada örnek alınan alanlara benzer alanlarda bulunan yarayışlı Na değerlerinin ise Yağmur ve Okur (2018), Kılınç (1978) ve Aydın vd. (2005) tarafından bulunan sonuçlar açısından aynı paralellikte olduğu tespit edilmiştir.

4.2.1.3. Yarayışlı Potasyum (K):

Toprak örneklerinin yarayışlı K içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 9 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.62. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 4.62. Yarayışlı K sonuçları (mg/kg)

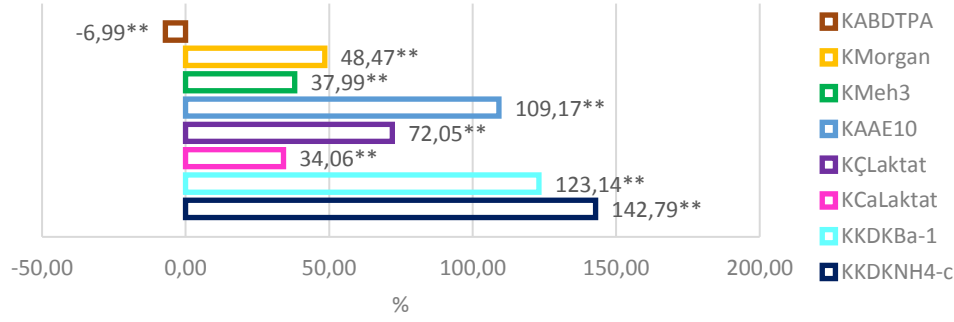
Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
K _{NH4OAc}	45	635	229	146
K _{ABDTPA}	45	464	213	103
K _{Morgan}	70	710	340	171
K _{Meh3}	71	691	316	166
K _{AAE10}	118	1073	479	236
K _{ÇLaktat}	113	1296	394	243
K _{CaLaktat}	119	800	307	144
K _{KDKBa-1}	107	1435	511	301
K _{KDKNH4-c}	127	1473	556	302

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı K değerlerinin; K_{NH4OAc} yöntemiyle 45-635 mg/kg, K_{ABDTPA} yöntemiyle 45-464 mg/kg, K_{Morgan} yöntemiyle 70-710 mg/kg, K_{Meh3} yöntemiyle 71-691 mg/kg, K_{AAE10} yöntemiyle 118-1073 mg/kg, K_{ÇLaktat} yöntemiyle 113-1296 mg/kg, K_{CaLaktat} yöntemiyle 119-800 mg/kg, K_{KDKBa-1} yöntemiyle 107-1435 mg/kg ve K_{KDKNH4-c} yöntemiyle ise 127-1473 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı K sonuçlarına göre yöntemler; K_{ABDTPA} < K_{NH4OAc} < K_{CaLaktat} < K_{Meh3} < K_{Morgan} < K_{ÇLaktat} < K_{AAE10} < K_{KDKBa-1} < K_{KDKNH4-c} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı K sonuçlarına göre en düşük yarayışlı K miktarları K_{ABDTPA} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı K miktarlarının ise K_{KDKNH4-c} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.62.).

K_{NH4OAc} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı K değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, K_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle %6,99 oranında daha düşük, K_{Morgan} ekstraksiyon yöntemiyle %48,47 oranında, K_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %37,99 oranında, K_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %109,17 oranında, K_{ÇLaktat} ekstraksiyon yöntemiyle %72,05 oranında, K_{CaLaktat}

ekstraksiyon yöntemiyle %123,14 oranında ve K_{NH_4-c} ekstraksiyon yöntemiyle ise %142,79 oranında daha yüksek yarayışlı K değerlerinin bulunduğu görülmektedir (Grafik 4.11.).

Grafik 4.11. K_{NH_4OAc} değerlerine göre % Δ K



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı K ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan K değerleri arasındaki en yüksek ilişki $K_{ÇLaktat} \times K_{CaLaktat}$ ekstraksiyon yöntemleri arasında en düşük ilişki ise $K_{Morgan} \times K_{KKDKBa-1}$ ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.63.).

Çizelge 4.63. Yarayışlı K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$K_{\text{ÇLaktat}} \times K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{ÇLaktat}} = -40,062 + 0,991 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,991**
$K_{\text{ABDTPA}} \times K_{\text{AAE10}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 5,498 + 0,432 \cdot K_{\text{AAE10}}$	0,987**
$K_{\text{Morgan}} \times K_{\text{Meh3}}$	$K_{\text{Morgan}} = 18,266 + 1,017 \cdot K_{\text{Meh3}}$	0,987**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{AAE10}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -61,525 + 0,607 \cdot K_{\text{AAE10}}$	0,981**
$K_{\text{Meh3}} \times K_{\text{AAE10}}$	$K_{\text{Meh3}} = -13,455 + 0,688 \cdot K_{\text{AAE10}}$	0,981**
$K_{\text{ABDTPA}} \times K_{\text{Meh3}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 19,139 + 0,612 \cdot K_{\text{Meh3}}$	0,980**
$K_{\text{Morgan}} \times K_{\text{AAE10}}$	$K_{\text{Morgan}} = 1,115 + 0,507 \cdot K_{\text{AAE10}}$	0,978**
$K_{\text{ABDTPA}} \times K_{\text{Morgan}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 12,039 + 0,590 \cdot K_{\text{Morgan}}$	0,974**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{ABDTPA}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -62,854 + 1,375 \cdot K_{\text{ABDTPA}}$	0,973**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{Meh3}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -42,066 + 0,858 \cdot K_{\text{Meh3}}$	0,973**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{Morgan}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -52,012 + 0,828 \cdot K_{\text{Morgan}}$	0,967**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -10,150 + 0,469 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,965**
$K_{\text{NH4OAc}} \times K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -30,178 + 0,467 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,964**
$K_{\text{ABDTPA}} \times K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 30,408 + 0,328 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,956**
$K_{\text{ABDTPA}} \times K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 45,355 + 0,327 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,952**
$K_{\text{Meh3}} \times K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{Meh3}} = 26,413 + 0,521 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,949**
$K_{\text{AAE10}} \times K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{AAE10}} = 67,012 + 0,742 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,947**
$K_{\text{AAE10}} \times K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{AAE10}} = 99,590 + 0,743 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,946**
$K_{\text{Meh3}} - K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{Meh3}} = 50,645 + 0,520 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,944**
$K_{\text{Morgan}} - K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{Morgan}} = 43,160 + 0,534 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,943**
$K_{\text{Morgan}} - K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{Morgan}} = 67,531 + 0,534 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,940**
$K_{\text{AAE10}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{AAE10}} = 4,069 + 1,545 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,939**
$K_{\text{ABDTPA}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 4,731 + 0,676 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,938**
$K_{\text{NH4OAc}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = -61,515 + 0,946 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,929**
$K_{\text{Morgan}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{Morgan}} = 2,492 + 1,097 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,922**
$K_{\text{Meh3}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{Meh3}} = -10,959 + 1,064 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,921**
$K_{\text{KDKNH4-c}} - K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{KDKNH4-c}} = 68,104 + 0,431 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,905**
$K_{\text{KDKNH4-c}} - K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{KDKNH4-c}} = 87,429 + 0,431 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,903**
$K_{\text{ABDTPA}} - K_{\text{KDKBa-1}}$	$K_{\text{ABDTPA}} = 82,249 + 0,331 \cdot K_{\text{KDKBa-1}}$	0,777**
$K_{\text{KDKBa-1}} - K_{\text{CaLaktat}}$	$K_{\text{KDKBa-1}} = 47,387 + 0,624 \cdot K_{\text{CaLaktat}}$	0,774**
$K_{\text{KDKBa-1}} - K_{\text{ÇLaktat}}$	$K_{\text{KDKBa-1}} = 76,440 + 0,622 \cdot K_{\text{ÇLaktat}}$	0,769**
$K_{\text{AAE10}} - K_{\text{KDKBa-1}}$	$K_{\text{AAE10}} = 192,818 + 0,727 \cdot K_{\text{KDKBa-1}}$	0,748**
$K_{\text{Meh3}} - K_{\text{KDKBa-1}}$	$K_{\text{Meh3}} = 116,176 + 0,508 \cdot K_{\text{KDKBa-1}}$	0,745**
$K_{\text{NH4OAc}} - K_{\text{KDKBa-1}}$	$K_{\text{NH4OAc}} = 53,677 + 0,446 \cdot K_{\text{KDKBa-1}}$	0,742**
$K_{\text{KDKBa-1}} - K_{\text{KDKNH4-c}}$	$K_{\text{KDKBa-1}} = 9,597 + 1,250 \cdot K_{\text{KDKNH4-c}}$	0,738**
$K_{\text{Morgan}} - K_{\text{KDKBa-1}}$	$K_{\text{Morgan}} = 139,806 + 0,508 \cdot K_{\text{KDKBa-1}}$	0,723**

Farklı K ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı K sonuçlarının arasındaki farkların $K_{\text{Meh3}} - K_{\text{NH4-c}}$ yöntemleri arasında önemsiz, diğer ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda ekstraksiyon çözeltilerinde belirlenen K miktarları arasındaki farkların ise %99 seviyesinde önemli olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.64.).

Çizelge 4.64. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı K (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔK
K _{NH4OAc} - K _{ABDTPA}	2,699	0,009	17**
K _{NH4OAc} - K _{Morgan}	-19,176	0,000	-111**
K _{NH4OAc} - K _{Meh3}	-17,422	0,000	-87**
K _{NH4OAc} - K _{AAE10}	-21,219	0,000	-250**
K _{NH4OAc} - K _{KDKBa-1}	-8,149	0,000	-165**
K _{NH4OAc} - K _{NH4-c}	-11,763	0,000	-78**
K _{NH4OAc} - K _{ÇLaktat}	-14,124	0,000	-281**
K _{NH4OAc} - K _{CaLaktat}	-16,267	0,000	-327**
K _{ABDTPA} - K _{Morgan}	-14,220	0,000	-127**
K _{ABDTPA} - K _{Meh3}	-12,651	0,000	-104**
K _{ABDTPA} - K _{AAE10}	-16,264	0,000	-267**
K _{ABDTPA} - K _{KDKBa-1}	-8,541	0,000	-182**
K _{ABDTPA} - K _{NH4-c}	-13,326	0,000	-95**
K _{ABDTPA} - K _{ÇLaktat}	-12,007	0,000	-298**
K _{ABDTPA} - K _{CaLaktat}	-13,803	0,000	-343**
K _{Morgan} - K _{Meh3}	7,176	0,000	24**
K _{Morgan} - K _{AAE10}	-14,767	0,000	-139**
K _{Morgan} - K _{KDKBa-1}	-2,655	0,010	-54**
K _{Morgan} - K _{NH4-c}	3,965	0,000	32**
K _{Morgan} - K _{ÇLaktat}	-9,261	0,000	-171**
K _{Morgan} - K _{CaLaktat}	-11,744	0,000	-216**
K _{Meh3} - K _{AAE10}	-16,693	0,000	-163**
K _{Meh3} - K _{KDKBa-1}	-3,941	0,000	-78**
K _{Meh3} - K _{NH4-c}	1,096	0,277	9 ^{öd}
K _{Meh3} - K _{ÇLaktat}	-10,387	0,000	-194**
K _{Meh3} - K _{CaLaktat}	-12,872	0,000	-240**
K _{AAE10} - K _{KDKBa-1}	4,124	0,000	85**
K _{AAE10} - K _{NH4-c}	12,536	0,000	172**
K _{AAE10} - K _{ÇLaktat}	-2,389	0,020	-31**
K _{AAE10} - K _{CaLaktat}	-5,811	0,000	-77**
K _{KDKBa-1} - K _{NH4-c}	4,248	0,000	87**
K _{KDKBa-1} - K _{ÇLaktat}	-4,994	0,000	-117**
K _{KDKBa-1} - K _{CaLaktat}	-6,973	0,000	-162**
K _{NH4-c} - K _{ÇLaktat}	-9,210	0,000	-203**
K _{NH4-c} - K _{CaLaktat}	-11,237	0,000	-248**
K _{ÇLaktat} - K _{CaLaktat}	-11,193	0,000	-45**

Farklı yarayışlı K ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif K belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. NH₄OAc toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 45-635 mg/kg yarayışlı K, K_{Alev} metodu kullanılarak 70-670 mg/kg yarayışlı K, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 45-464 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 52-440 mg/kg yarayışlı K, Morgan toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 70-710 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 75-750 mg/kg yarayışlı K, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 71-691 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 88-698 mg/kg yarayışlı K, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon

çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 118-1073 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 125-1100 mg/kg yarayırlı K, KDK_{Ba-1} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 113-1296 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 125-1320 mg/kg yarayırlı K, KDK_{NH4-c} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 119-800 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 120-814 mg/kg yarayırlı K, Çifte Laktat toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} metodu kullanılarak 107-1435 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 154-1678 mg/kg yarayırlı K ve Ca-Laktat toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise K_{ICP} metodu kullanılarak 127-1473 mg/kg, K_{Alev} metodu kullanılarak 137-1550 mg/kg yarayırlı K değerleri tespit edilmiştir (Çizelge 4.65. ve Ek Çizelge 1.).

Çizelge 4.65. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
NH ₄ OAc	K_{ICP}	45	635	229	146
	K_{Alev}	70	670	250	137
AB-DTPA	K_{ICP}	45	464	213	103
	K_{Alev}	52	440	204	110
Morgan	K_{ICP}	70	710	340	171
	K_{Alev}	75	750	352	175
Mehlich 3	K_{ICP}	71	691	316	166
	K_{Alev}	88	698	333	163
AAE10	K_{ICP}	118	1073	479	236
	K_{Alev}	125	1100	496	242
KDK_{Ba-1}	K_{ICP}	113	1296	394	243
	K_{Alev}	125	1320	406	248
KDK_{NH4-c}	K_{ICP}	119	800	307	144
	K_{Alev}	120	814	317	144
Çifte Laktat	K_{ICP}	107	1435	511	301
	K_{Alev}	154	1678	547	330
Ca-Laktat	K_{ICP}	127	1473	556	302
	K_{Alev}	137	1550	580	310

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayırlı K ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde K_{ICP} ve K_{Alev} kantitatif K belirleme metotları uygulanarak bulunan K miktarları arasındaki en yüksek ilişki $K_{KDKBa-1} / K_{ICP} \times K_{Alev}$ ve $K_{KDKNH4-c} / K_{ICP} \times K_{Alev}$ metotları arasında, en düşük ilişki ise $K_{ABDTPA} / K_{ICP} \times K_{Alev}$ metotları arasında tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.66.).

Çizelge 4.66. Farklı kantitatif yarayırlı K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$K_{NH4OAc} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -32,726 + 1,049 \cdot K_{Alev}$	0,985**
$K_{ABDTPA} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = 24,921 + 0,918 \cdot K_{Alev}$	0,974**
$K_{Morgan} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -2,384 + 0,973 \cdot K_{Alev}$	0,997**
$K_{Meh3} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -20,429 + 1,012 \cdot K_{Alev}$	0,996**
$K_{AAE10} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -4,707 + 0,977 \cdot K_{Alev}$	0,998**
$K_{KDKBa-1} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -3,468 + 0,979 \cdot K_{Alev}$	0,999**
$K_{KDKNH4-c} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -8,707 + 0,998 \cdot K_{Alev}$	0,999**
$K_{\text{ÇLaktat}} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = 14,851 + 0,906 \cdot K_{Alev}$	0,993**
$K_{CaLaktat} / K_{ICP} \times K_{Alev}$	$K_{ICP} = -6,558 + 0,970 \cdot K_{Alev}$	0,997**

Farklı yarayırlı K toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif K belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayırlı K değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.67.).

Çizelge 4.67. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı K (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔK (mg/kg)
$K_{NH4OAc} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-6,423	0,069	-20 ^{öd}
$K_{ABDTPA} / K_{ICP} - K_{Alev}$	2,700	0,099	8 ^{öd}
$K_{Morgan} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-7,313	0,198	-12 ^{öd}
$K_{Meh3} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-9,389	1,012	-16 ^{öd}
$K_{AAE10} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-9,123	0,912	-16 ^{öd}
$K_{KDKBa-1} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-8,483	0,845	-12 ^{öd}
$K_{KDKNH4-c} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-11,907	0,963	-9 ^{öd}
$K_{\text{ÇLaktat}} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-6,449	2,365	-37 ^{öd}
$K_{CaLaktat} / K_{ICP} - K_{Alev}$	-8,199	1,655	-24 ^{öd}

Araştırmada kullanılan ve toprak örneklerinin değişebilir K içeriklerinin belirlenmesi için kullanılan ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması bulunan farklı K miktarı sonuçlarının daha iyi anlaşılabilmesi için ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan katyonların dehidrate ve hidrate yarı çaplarının bilinmesinde fayda vardır. Çünkü bu değerler toprak örneklerinin içerisinde bulunan ve K^+ iyonlarının düzlemsel yüzey, köşe ve kırıklarda adsorbe edilmiş haldeki K^+ iyonlarını desorbe etmek mekanizmaları üzerinde direkt olarak etkin olmaktadır. K^+ iyonunun dehidrate yarı çapı $r = 0,138$ nm, hidrate yarı çapı $r = 0,212$ nm, NH_4^+ iyonunun dehidrate yarı çapı $r = 0,148$ nm, hidrate yarı çapı $r = 0,213$ nm, H^+ iyonunun dehidrate yarı çapı $r = 0,030$ nm, hidrate yarı çapı $r = 0,330$ nm, Ca^{+2} iyonunun dehidrate yarı çapı $r = 0,100$ nm, hidrate yarı çapı $r = 0,271$ nm ve Ba^{+2} iyonunun dehidrate yarı çapı ise $0,136$ nm ve hidrate yarı çapı $r = 0,254$ nm genişliğindedir. Katyonlar dehidrate çaplarına göre $H^+ < Ca^{+2} < Ba^{+2} < K^+ < NH_4^+$

olarak sıralanmaktadır. Aynı katyonlar hidrate olduğunda bu sıralama $\text{NH}_4^+ < \text{K}^+ < \text{Ba}^{+2} < \text{Ca}^{+2} < \text{H}^+$ olarak değişmektedir. Ancak söz konusu katyonların hidratasyon enerjilerine bakıldığında bunların, H^+ iyonu için -1058 kJ/mol, Ca^{+2} iyonu için -1656 kJ/mol, Ba^{+2} iyonu için -1390 kJ/mol, K^+ iyonu için -372 kJ/mol, NH_4^+ iyonu için ise -358 kJ/mol olduğu görülmektedir (Marcus, 1991). Katyonların adsorbsiyonu üzerinde hidratasyonuna etkisine “hidratasyon etkisi” denilmektedir. Bir katyon bir değişim yüzeyinde adsorbe olduğunda hidrate haldeki iyonun su moleküllerinden kaynaklanan kalınlığında bir azalış meydana gelmektedir. Bir katyonun dehidratasyonu hidratasyon enerjisi miktarı düştükçe artmaktadır. Bu katyonun yük miktarı ile de ilişkilidir. Katyonun yük miktarı arttıkça değişim yüzeyine o oranda daha fazla kuvvetle yaklaşmaktadır. Bu nedenledir ki adsorbe haldeki 2 değerlikli katyonlar 1 değerlikli katyonlara kıyasla daha az miktarda hidrate halde bulunmaktadırlar. Bu durum toprak çözeltisi içerisinde ise tam tersi durum arz etmektedir. Katyonların söz konusu hidratasyon ve dehidratasyon halleri ve bunun üzerine etkili olan hidratasyon enerjileri ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan katyonların dengesi ve özellikleri nedeniyle ekstraksiyon çözeltileri ile ekstrakte edilebilir K içeriklerinin farklılaşmasına neden olmaktadır (Schachtschabel et al., 1984).

Çalışmada kullanılan toprak örneklerinin değişebilir K içeriklerinin belirlenmesi için uygulanan ve ortak olarak değişebilir K içeriklerinde belirlenebildiği 1 N NH_4OAc (pH=7,0), AB-DTPA, Morgan, Mehlich 3, AAE10, $\text{KDK}_{\text{Ba-1}}$ ve $\text{KDK}_{\text{NH4-c}}$ ekstraksiyon yöntemlerinin genel özellikleri ve ekstraksiyon sırasında toprak örnekleri ile toprak/çözelti oranına bağlı olarak, çalkalama süresi ve çözelti kimyaları ile konular konuyla ilgili bölümde bulunan kısımlarda açıklanmış ve konuyla ilgili bilgiler sunulmuştur. Bu bölümde toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde yarayışlı K belirlemesi yapılamayan $\text{K}_{\text{CaLaktat}}$ ve $\text{K}_{\text{ÇLaktat}}$ toprak ekstraksiyon yöntemleri de yukarıda belirtilen ekstraksiyon yöntemlerine ek olarak uygulanmış ve elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan değişebilir K içerikleri tespit edilmiştir. Kalsiyum asetat laktat ekstraksiyon yöntemi ($\text{X}_{\text{CaLaktat}}$) %15’e kadar CaCO_3 içeren toprak ve substratlarda yarayışlı P ve K miktarlarının tespit edilmesi amacıyla uygulanabilmektedir. Bu yöntemde ekstraksiyon işlemi pH’sı 4,1’e CH_3COOH ile ayarlanmış $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{C}_6\text{H}_{10}\text{CaO}_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözelti karışımı kullanılarak uygulanmaktadır (Hoffman, 1991). Çözelti organik asidin kullanılması yoluyla yarayışlı bitki besin elementlerinin (P ve K) ekstraksiyonunda kullanılmaktadır. Toprak değişim kompleksleri üzerinde adsorbe halde bulunan K ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği Ca^{+2} ve H^+ iyonları tarafından desorbe edilmekte ve çözeltiye geçmektedir.

([Http://cropscience.ch/?p=17](http://cropscience.ch/?p=17), Erişim tarihi: 02.02.2018). Kalsiyum asetat laktat yöntemi çifte laktat ve amonyum laktat yöntemine kıyasla daha kuvvetli tamponlanmıştır. Bu nedenle yüksek CaCO_3 oranlarında kullanılabilir (Schüller, 1969; Hoffman, 1991). Buna karşın Çifte laktat ekstraksiyon yöntemi %5'e kadar CaCO_3 içeren topraklarda yarayışlı P ve K içeriklerinin belirlenmesi için kullanılabilir. Çifte laktat çözeltisinin pH ayarlaması HCl ile yapıldığından dolayı tamponlama kapasitesi Ca laktat yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltisinden daha düşüktür. Çifte laktat yöntemi özellikle içeriğinde Ca-fosfat şeklinde P içeren topraklarda bu nedenden ötürü Ca laktat yöntemine nazaran daha yüksek yarayışlı P içeriklerinin bulunmasına neden olabilmektedir (Hoffman, 1991).

Değişebilir yüzeylerde adsorbe halde bulunan K^+ iyonlarının desorbsiyonunu NH_4^+ içeren çözeltiler ile rahatlıkla gerçekleştirilebilmektedir. Bu durumda NH_4^+ içeren çözeltinin toprak örneğine ilavesi sonrasında gerçekleştirilen çalkalama işlemi veya ekstraksiyon çözeltisi ile muamele süresi etkin rol oynayabilmektedir. Bu etki mekanik çalkalamanın etkisi ile NH_4^+ iyonu içeren ekstraksiyon çözeltisinin toprakta değişebilir yüzeylerde ve fikse haldeki K^+ iyonlarının desorbsiyonu sağlamaktadır. Ancak unutulmaması gereken bir diğer faktörde ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği H^+ iyonu konsantrasyonu bu süreçte hiçte azımsanmayacak düzeyde etkili olabilmektedir. Ekstraksiyon çözeltisinin H^+ iyonu konsantrasyonu ekstraksiyon işlem sırasında kil minerallerinin tabakaları arasında adsorbe edilmiş olan K^+ iyonlarının desorbsiyonuna neden olmaktadır. Fikse edilmiş K elementinin bir başka ifade ile değişebilir olmayan K^+ iyonlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan belirleme yöntemlerinde bu yüzden ki HNO_3 , HCl, Na-tetrafenilboron+EDTA ve H^+ veya Ca^{+2} ile doyurulmuş resin gibi yöntemleri kullanılmaktadır (Sparks et al., 1996). Asitlerin veya bazı durumlarda organik asitlerin kullanıldığı yöntemlerde amaç ekstraksiyon sırasında ortamda bulunan H^+ iyonu derişiminden yararlanarak kil mineralleri tabakaları arasında bulunan K^+ iyonlarının H^+ iyonları yardımıyla desorbsiyonunu sağlamaktır. Bu tür yöntemlerin bazılarında bu işlemi arttırabilmek için ekstraksiyon işlemi sırasında ekstraksiyon çözeltisinin sıcaklığı da yükseltilebilmektedir. Bu uygulama kil mineralleri tabakaları arasındaki mesafenin açılmasını dolayısıyla adsorbe olmuş ve dehidrate halde bulunan K^+ iyonlarının H^+ iyonları yardımıyla daha da rahat desorbsiyonunun sağlanmasına yol açmakta olduğu belirtilmektedir (Martin and Sparks, 1983; Pratt, 1965; Rausell-Colom et al., 1965; Wells and Norrish, 1968; Feigenbaum et al., 1981; Smith and Scott, 1966; Sadusky and Sparks, 1991; Arnold, 1958; Haagsma and Miller, 1963; Sparks et al., 1996).

Çizelge 4.62. incelendiğinde, K_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle en düşük değişebilir K değerleri elde edilmiştir. Bu ekstraksiyon yönteminin ekstraksiyon çözeltisi pH değeri 7,6 olup içerdiği H^+ iyonu derişimi diğer ekstraksiyon çözeltilerine nazaran en düşük seviyededir. Ayrıca bu ekstraksiyon yönteminin uygulanması sırasında kullanılan 1:2 toprak/çözelti oranı da ekstraksiyon işlemi sırasında birim toprak örneğine daha az NH_4^+ iyonu derişiminin olmasına neden olmaktadır. Yüksek ekstraksiyon çözeltisi pH değeri ve düşük ekstraksiyon çözeltisi miktarı dolayısıyla düşük NH_4^+ iyonu nedeniyle bu ekstraksiyon yönteminin toprak örneklerinden K ekstraksiyon kapasitesi en düşük düzeyde gerçekleşmiştir. Ayrıca yukarıda bahsedildiği üzere değişebilir K^+ iyonları ile fikse K^+ iyonları arasında bir denge mevcuttur. Çözelti içerisindeki K^+ iyonları derişimi azaldıkça fikse K^+ iyonların fraksiyonundan değişebilir K^+ iyonu fraksiyonuna bir geçiş olmaktadır. Ekstraksiyon çözeltisinin ekstraksiyon işlemi sırasında oluşturduğu hacmin küçük olması bu durumun gerçekleşmesine kısıtlı oranda izin vermiş olduğu düşünülmektedir. K_{NH_4OAc} yöntemi K_{ABDTPA} yöntemine kıyasla ekstraksiyon sırasında ortamda daha çok H^+ iyonu ve daha fazla NH_4^+ iyonu içermektedir. Ayrıca bu yöntemin çalkalama süresi K_{ABDTPA} yöntemine kıyasla 2 kat daha fazla olarak gerçekleştirilmektedir. Bu durumun K_{NH_4OAc} ile ekstrakte edilebilen K miktarının artışına neden olan faktör olduğu düşünülmektedir. $K_{CaLaktat}$ ekstraksiyon yöntemi pH değeri 4,1'e ayarlanan ve toprak/çözelti oranı 1:20 olan bir ekstraksiyon yöntemidir. Dolayısıyla ekstraksiyon çözeltisi K_{ABDTPA} ve K_{NH_4OAc} yöntemlerine kıyasla daha fazla H^+ iyonu içermektedir. Ekstraksiyon çözeltisi aynı zamanda Ca^{+2} iyonları içermektedir. Ca^{+2} iyonları kil minerallerinin düzlemsel yüzey, kenar, köşe ve uçlarında adsorbe edilen K^+ iyonlarını rahatlıkla desorbe edebilmektedir. Ancak kil minerallerinin tabakaları arasında bulunan K^+ iyonları ile yer değiştirme konusunda aynı başarıyı gösterememektedir. Burada en etkin faktörün Ca atomunun iyonik çapından²² kaynaklandığı düşünülmektedir. Çalkalama süresinin 90 dk olması da bu durum üzerinde fazla etki edememiştir. Çalkalama süresinin uzunluğu kil mineralleri tabakalar arası mesafelerin açılmasına neden olmuş ancak Ca^{+2} iyonlarının fikse K^+ iyonları ile yer değiştirmesine imkân sağlamadığı düşünülmektedir. Çünkü kil minerallerinin su varlığındaki genişlemesinin hidrate durumda olan Ca^{+2} iyonlarının K^+ iyonlarının yanına gelecek kadar yaklaşmasına yani hidrate Ca^{+2} iyonlarının kil minerallerinin tabakaları arasına girmesine izin vermediği düşünülmektedir. Bu durum toplamda $K_{CaLaktat}$ yönteminin K ekstraksiyon kabiliyetini negatif yönde etkilemiş ve değişebilir K içeriklerinin düşük olarak belirlenmesine yol açmıştır. K_{Meh3} yöntemi içerisinde ihtiva ettiği HNO_3 nedeniyle değişebilir K yanında fikse K fraksiyonunda

²² Ca^{+2} ; $r=1,65 \text{ Å}$, K^+ ; $1,33 \text{ Å}$

ekstrakte olmasına neden olmuştur. Ayrıca pH değerinin çok düşük olması yani H^+ iyonu²³ derişiminin çok olması fikse durumdaki K^+ iyonlarının ekstraksiyonuna imkân sağlamıştır. Bunun yanında ekstraksiyon çözeltisi içerdiği yüksek derişimdeki NH_4^+ iyonları ve toprak/çözelti oranının 1:10 oranında olması ile birlikte ekstraksiyon çözeltisi içinde ekstrakte olan K^+ iyonlarının derişimin fazla yükselmemesine dolayısıyla da aralarında denge bulunan değişebilir K^+ iyonları ile fikse durumda bulunan K^+ iyonlarının dengesini etkilemiş ve fikse durumda bulunan K^+ iyonlarının çözeltiye geçmesine neden olmuştur. Söz konusu yöntemin ekstraksiyonu sırasında uygulanan 5 dk'lık çalkalama süresi ise bu durumun bir miktar düşük olmasına neden olmuştur. Çünkü bilindiği üzere burada amaç bitki köklerinin topraktan K^+ iyonu alınımını taklit etmek olduğu ve yöntemin bu durumda gereğinden fazla K^+ iyonu ekstraksiyonunun engellenmesini sağlamak için çalkalama süresinin yöntemi öneren araştırmacı tarafından 5 dk ile sınırlı tutulduğu düşünülmektedir. Özetle K_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle değişebilir K^+ iyonlarının tamamı ekstrakte edilebilmekte ayrıca yöntemde bilinçli olarak fikse durumdaki K^+ iyonlarının ise sadece bir bölümünün ekstraksiyonu hedeflenmektedir. Bu durum K_{Meh3} ekstraksiyon yöntemi ile K_{ABDTPA} , K_{NH_4OAc} ve $K_{CaLaktat}$ ekstraksiyon yöntemlerinden daha fazla K^+ iyonunun ekstraksiyonuna yol açmış ancak çalışmada uygulanan diğer yöntemlerden daha az değişebilir K içeriklerinin bulunmasına yol açtığı düşünülmektedir. K_{Morgan} toprak ekstraksiyon yöntemi ekstraksiyon çözeltisi pH değeri 4,8'e ayarlanmaktadır. Bu ekstraksiyon çözeltisinin ekstraksiyon boyunca pH değeri çözeltinin tamponlama kapasitesi yüksek olması nedeniyle ayarlanan pH değerine yakın olarak seyretmektedir. Ayrıca çözeltinin pH ayarı HCl ile gerçekleştirilmektedir. Kullanılan HoAc'den kaynaklanan H^+ iyonları derişimi de yüksektir. Ekstraksiyon çözeltisinin NH_4^+ içeriği K_{NH_4OAc} yöntemlerine göre az, K_{ABDTPA} , $K_{CaLaktat}$ ve K_{Meh3} yöntemlerine kıyasla ise daha fazla durumdadır. Çalkalama süresi ise 15 dk'dır. Çözeltide fazla miktarda bulunan H^+ iyonu derişiminin kil minerallerinin tabakaları arasında bulunan K^+ iyonları ile kolayca yer değiştirmesi dolayısıyla K_{ABDTPA} , K_{NH_4OAc} , $K_{CaLaktat}$ ve K_{Meh3} yöntemlerine kıyasla daha fazla K^+ 'nın ekstrakte edilebildiği düşünülmektedir. Burada NH_4^+ iyonları düzlemsel yüzey, köşe ve kırıklarda adsorbe edilmiş haldeki K^+ iyonlarını desorbe ederken ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan ve derişimi 1,25 N olan HOAc'nin sağladığı H^+ iyonlarının da fikse durumda kil minerallerinin tabakaları arasında bulunan K^+ iyonlarını desorbe ederek yüksek oranda etkin olduğu düşünülmektedir. Aynı zamanda yüksek derişim değerine sahip HOAc nedeniyle çözeltinin yüksek oranda tamponlanmış olmasından dolayı ekstraksiyon işlemi boyunca pH değerinin değişiklik

²³ H^+ iyonu $r=0,012 \text{ Å}$, K^+ iyonu $1,33 \text{ Å}$

göstermemesi de bu durum üzerinde etkili olmuştur. $K_{\text{ÇLaktat}}$ ekstraksiyon yönteminde ekstraksiyon çözeltisinin hazırlanmasında $0,02 \text{ M } (\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3)_2\text{Ca} \cdot 5\text{H}_2\text{O} + 0,02 \text{ M HCl}$ kullanılmakta ve çözeltinin pH değeri 3,6 değerine ayarlanmaktadır. Burada çözeltinin içerisinde bulunan $0,02 \text{ M HCl}$ 'den kaynaklanan yüksek H^+ iyonu derişimi ve 90 dk süreyle gerçekleştirilen çalkalama işlemi düzlemsel yüzey, köşe ve kırıklarda adsorbe edilmiş haldeki K^+ iyonlarını Ca^{+2} iyonları ile birlikte desorbe etmekte ayrıca H^+ iyonları kil minerallerinin tabakaları arasında bulunan dehidrate durumdaki K^+ iyonlarını da toprak ekstraksiyon çözeltisine çıkarabilmektedir. Yüksek H^+ iyonu derişimi, toprak/çözelti oranı²⁴ dolayısıyla ortamda çözeltiye geçen K^+ iyonları derişiminin K^+ iyonlarının kil mineralleri tabakaları arasından çıkarılmasını olumlu yönden etkilemesi ve bunun gerçekleşebilmesi için ortamda bulunan yüksek H^+ iyonu derişimi de eklenince $K_{\text{ÇLaktat}}$ yöntemi ile ekstrakte edilebilen K^+ miktarı K_{ABDTPA} , $K_{\text{NH}_4\text{OAc}}$, K_{CaLaktat} , K_{Meh3} ve K_{Morgan} ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla gerçekleş olduğu düşünülmektedir. K_{AAE10} ekstraksiyon yönteminin ekstraksiyon çözeltisinin hazırlanmasında $0,5 \text{ M HOAc}$ ve $0,5 \text{ M NH}_4\text{OAc} + 0,02 \text{ M EDTA}$ kullanılmakta ve çözeltisi pH'sı 4,65 değerine ayarlanmaktadır. Çalkalama süresi 60 dk olup toprak/çözelti oranı ise 1:10 olarak gerçekleştirilmektedir. Ekstraksiyon çözeltisinde kullanılan HOAc nedeniyle söz konusu ekstraksiyon yöntemi ile kil minerallerinin tabakalarında bulunan K^+ iyonları daha fazla desorbe edilebilmektedir. Ayrıca ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan EDTA ekstraksiyon sırasında toprak çözeltisine desorbe olan Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonları ile şelat oluşturmakta ve ekstraksiyon çözeltisinin çözelti şiddetini düşürücü yönde etki etmesine yol açmaktadır. Bu durum kil mineralleri ile çözelti arasında bulunan K^+ iyonu derişiminin diğer katyonların yük dengesinde yüksüz hale geçmesi nedeniyle ekstraksiyon çözeltisi yönünde düşmesine yol açmaktadır. Bu durum ekstraksiyon çözeltisinin içerisindeki (+) yük dengesi düşmekte ve kil mineralleri ile çözelti arasında (+) yük bakımından bir farkın oluşmasına yol açmaktadır. Bu etki ile K^+ iyonları adsorbe halde bulundukları tüm yüzey ve aralıklardan daha fazla desorbe olmasına yol açmaktadır. EDTA bu ekstraksiyonda yönteminde ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan Ca^{+2} , Mg^{+2} ve mikro elementleri şelatlayarak (+) yüklerinden kaynaklanan iyonik yük dengesinin K^+ desorbsiyonu artırmasına yol açmasına yol açarak bariz bir şekilde söz konusu ekstraksiyon yöntemiyle K elementinin toprak örneklerinden diğer yöntemlere kıyasla daha fazla ekstrakte olmasına yol açmış olabileceği düşünülmektedir. $K_{\text{KDKBa-1}}$ ekstraksiyon yöntemi ile ardışık tekrarlamalı ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Ekstraksiyon işleminde kullanılan $0,5 \text{ N BaCl}_2 + 0,2 \text{ N TEA}$ çözeltisi tamponlanmış durumda

²⁴ 1:20

olup ekstraksiyon işlemi süresinde ekstraksiyon çözeltisinin pH=8,1'e ayarlanmış olarak gerçekleştirilmektedir. Ekstraksiyon çözeltisi içinde bulunan trietanolamin tamponluk görevi yanı sıra özellikle kireçli topraklarda çözeltiye geçen Ca^{+2} ve Mg^{+2} miktarlarının artmasına ve toprakta bulunan CaCO_3 'ün çözünürlüğünü azaltarak etki etmektedir (Kacar, 2009). Ekstraksiyon işlemi 3 kez ardışık tekrarlamalı olarak gerçekleşmektedir. 1. ekstraksiyonda aşamasında çözeltiye desorbe olan Ca^{+2} ve Mg^{+2} gibi katyonlar²⁵ 2. ekstraksiyon şamasında bir hayli azalmaktadır. 3. Ekstraksiyon aşamasında ise son derece düşük miktarlara ulaşmaktadır. Bu durum özellikle 2. ekstraksiyon aşaması ve sonrasında gerçekleştirilen ekstraksiyon basamağında çözelti içerisindeki katyon ve K^+ iyonlarının düşüklüğü nedeniyle toprakta bulunan K fraksiyonları dengesinin bir sonucu olarak kil mineralleri tabakaları arasında dehidrate halde fikse durumda bulunan K^+ iyonları daha fazla oranda ekstraksiyon çözeltisine geçiş eğilimi göstermektedir. Ardışık tekrarlamalı ekstraksiyon işlemi 2. ve 3. ekstraksiyon aşamalarında çözeltinin katyon içeriği bir hayli düşüş gösterdiği için K^+ iyonunun desorbsiyonu artırıcı yönde etki etmiş ve bu nedenle de $\text{K}_{\text{KDKBa-1}}$ ekstraksiyon yöntemi ile yukarıda tartışılan ekstraksiyon yöntemlerine nazaran toprak örneklerinden daha çok miktarda K ekstrakte edebilme kabiliyeti göstermiştir (Bkz. Çizelge 4.62.). $\text{K}_{\text{KDKNH4-c}}$ ekstraksiyon yöntemi ise en uzun sürede toprak örneğinin ekstraksiyon çözeltisine maruz bırakıldığı yöntemdir. Bu sürenin fazlalığı kil mineralleri tabakaları arasındaki mesafenin hidrasyon nedeniyle diğer ekstraksiyon yöntemlerine nazaran daha fazla açılmasına yol açtığı düşünülmektedir. Bu süre ayrıca ekstraksiyon çözeltisinin içerdiği NH_4^+ iyonları bu süre içerisinde hidrasyon enerjilerinin düşük olması nedeniyle hidrate olmakta ve iyonik yarı çapları $r=0,213$ nm değerine ulaşmaktadır. Bu süre zarfında K^+ iyonları da düşük hidrasyon enerjileri nedeniyle hidrate olabilmekte ve hidrate iyonik yarı çapları $r=0,232$ nm derine ulaşmaktadır. Hidrate olmuş K^+ iyonunun iyonik yük ve büyüklüğü kil tabakaları ara mesafesi açılmış yüzeylerde adsorbe halde bulunan K^+ iyonlarının yüzeylere tutunma gücünü azaltmaktadır. Bu durumda ekstraksiyon çözeltisinde var olan NH_4^+ iyonları kolaylıkla K^+ iyonlarını desorbe edebilmekte ve ekstraksiyon çözeltisine geçmesini sağlayabileceği düşünülmektedir. Söz konusu ekstraksiyon yönteminin topraktan çalışmada diğer uygulanan ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla miktarda K^+ iyonunu ekstrakte edilmiş olması bu yöntemin toprak örneklerine uygulanan ekstraksiyon çözeltisinin uzun süreli olarak maruz bırakılmasının temel etkenlerden biri olduğu düşünülmektedir.

²⁵ Bu esnada K^+ iyonu da desorbe olmaktadır.

Çalışmada uygulanan değişebilir K ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan K değerleri arasındaki ilişkiler incelendiğinde; ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan K değerlerinin dolayısıyla toprak örneklerinin içerdiği değişebilir K içerikleri arasındaki farkların K_{Meh3} yöntemi ve K_{NH4-c} yöntemleri dışında²⁶ istatistiki yönden anlamlı bulunduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.64.). Elde edilen bu verilerden yola çıkıldığında; ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak topraktan ekstrakte edilebilen değişebilir K miktarlarının farklı olduğu dolayısıyla söz konusu bu farkların ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin kimyasal özelliklerinden kaynaklandığı, ayrıca toprak örneklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin de ekstraksiyon yöntemlerinin tüm özellikleri ile toprak özelliklerinin bir bileşkesi olarak örneklerden ekstrakte edilebilen K değerlerinin farklı bulunması üzerinde etkili olduğu belirlenmiştir. Bir başka ifade ile uygulanan ekstraksiyon yöntemleri toprakta bulunan K elementinin farklı halleri ve rezervleri üzerinde farklı oranlarda etki ederek farklı ekstrakte edilebilir K değerlerinin bulunmasına yol açmıştır.

Araştırma toprak örneklerinin yarayışlı K içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak toprak örnekleri üzerinde uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan K miktarları arasındaki ilişkiler Schachtschabel and Köster (1978), Alva (1993), Bibiso et al. (2015), Grzebisz and Oertli (1993), Kahveci ve Atalay (2010), Michaelson et al. (1987), McDonald et al. (1978), Njukeng et al. (2013), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Wang et al. (2004), Zhu et al. (2016) ve Jones and Piha (1989) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan ilişkiler ile benzer yönde olduğu, toprak örneklerinin içerdiği yarayışlı K miktarlarının ise Kılınç (1978), Kuştutan vd. (2017), Aydın vd. (2005) ve Yener vd. (2002) tarafından bildirilen değerler ile paralellik içerisinde bulunduğu görülmüştür.

4.2.1.4. Yarayışlı Kalsiyum (Ca):

Toprak örneklerinin yarayışlı Ca içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 6 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.68. ve Ek Çizelge 1’de verilmiştir.

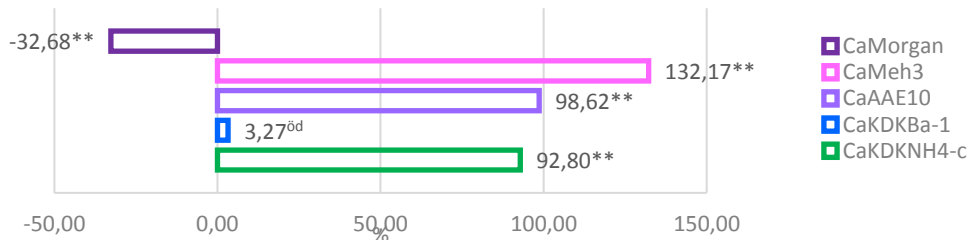
²⁶ Söz konusu iki yöntemin toprak örneklerinden K ekstrakte edebilme kabiliyeti aynıdır.

Çizelge 4.68. Yarayışlı Ca sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Ca _{NH4OAc}	731	4847	3124	989
Ca _{Morgan}	973	2492	2103	356
Ca _{Meh3}	931	21619	7253	4773
Ca _{AAE10}	1514	7697	6205	1997
Ca _{KDKBa-1}	692	9633	3226	1875
Ca _{KDKNH4-c}	801	10033	6023	2337

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanılarak bulunan yarayışlı Ca değerlerinin; Ca_{NH4OAc} yöntemiyle 731-4847 mg/kg, Ca_{Morgan} yöntemiyle 973-2492 mg/kg, Ca_{Meh3} yöntemiyle 931-21619 mg/kg, Ca_{AAE10} yöntemiyle 1514-7697 mg/kg, Ca_{KDKBa-1} yöntemiyle 692-9633 mg/kg ve Ca_{KDKNH4-c} yöntemiyle ise 801-10033 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı Ca sonuçlarına göre yöntemler; Ca_{Morgan} < Ca_{NH4OAc} < Ca_{KDKBa-1} < Ca_{KDKNH4-c} < Ca_{AAE10} < Ca_{Meh3} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı Ca sonuçlarına göre en düşük yarayışlı Ca miktarları Ca_{Morgan} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı Ca miktarlarının ise Ca_{Meh3} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.68.).

Ca_{NH4OAc} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı Ca değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, Ca_{Morgan} ekstraksiyon yöntemiyle %109,17 oranında, Ca_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %72,05 oranında, Ca_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %34,06 oranında, Ca_{KDKBa-1} ekstraksiyon yöntemiyle %123,14 oranında ve Ca_{NH4-c} ekstraksiyon yöntemiyle ise %142,79 oranında daha yüksek yarayışlı Ca değerlerinin bulunduğu izlenmektedir (Grafik 4.12.).

Grafik 4.12. Ca_{NH4OAc} değerlerine göre %Δ Ca

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Ca ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Ca değerleri arasındaki en yüksek ilişki Ca_{NH4OAc} X

Ca_{KDKNH4-c} ekstraksiyon yöntemleri arasında en düşük ilişki ise Ca_{Meh3} X Ca_{KDKBa-1} ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Çizelge 4.69.).

Çizelge 4.69. Yarayırlı Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Ca _{NH4OAc} X Ca _{KDKNH4-c}	Ca _{NH4OAc} = 840,907 + 0,379*Ca _{KDKNH4-c}	0,896**
Ca _{AAE10} X Ca _{KDKNH4-c}	Ca _{AAE10} = 1641,103 + 0,758*Ca _{KDKNH4-c}	0,887**
Ca _{NH4OAc} X Ca _{AAE10}	Ca _{NH4OAc} = 414,704 + 0,437*Ca _{AAE10}	0,881**
Ca _{Morgan} X Ca _{AAE10}	Ca _{Morgan} = 1288,953 + 0,131*Ca _{AAE10}	0,737**
Ca _{Morgan} X Ca _{KDKNH4-c}	Ca _{Morgan} = 1494,149 + 0,101*Ca _{KDKNH4-c}	0,664**
Ca _{Meh3} X Ca _{AAE10}	Ca _{Meh3} = -2223,929 + 1,527*Ca _{AAE10}	0,639**
Ca _{NH4OAc} X Ca _{Morgan}	Ca _{NH4OAc} = -438,231 + 1,694*Ca _{Morgan}	0,609**
Ca _{NH4OAc} X Ca _{Meh3}	Ca _{NH4OAc} = 2251,029 + 0,120*Ca _{Meh3}	0,581**
Ca _{NH4OAc} X Ca _{KDKBa-1}	Ca _{NH4OAc} = 2187,788 + 0,290*Ca _{KDKBa-1}	0,550**
Ca _{Meh3} X Ca _{KDKNH4-c}	Ca _{Meh3} = 831,281 + 1,066*Ca _{KDKNH4-c}	0,522**
Ca _{Ba-1} X Ca _{KDKNH4-c}	Ca _{Ba-1} = 968,817 + 0,375*Ca _{KDKNH4-c}	0,467**
Ca _{AAE10} X Ca _{Ba-1}	Ca _{AAE10} = 4888,860 + 0,408*Ca _{KDKBa-1}	0,383**
Ca _{Morgan} X Ca _{Meh3}	Ca _{Morgan} = 1965,631 + 0,019*Ca _{Meh3}	0,254*
Ca _{Morgan} X Ca _{KDKBa-1}	Ca _{Morgan} = 1960,548 + 0,044*Ca _{KDKBa-1}	0,232 ^{öd}
Ca _{Meh3} X Ca _{KDKBa-1}	Ca _{Meh3} = 5973,360 + 0,397*Ca _{KDKBa-1}	0,156 ^{öd}

Farklı Ca ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayırlı Ca sonuçlarının arasındaki farkların (Ca_{NH4OAc} - Ca_{KDKBa-1} hariç) istatistiki açıdan önemli (%95-%99) izlenmektedir (Çizelge 4.70.).

Çizelge 4.70. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı Ca (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔCa
Ca _{NH4OAc} - Ca _{Morgan}	10,235	0,000	1021**
Ca _{NH4OAc} - Ca _{Meh3}	-7,965	0,000	-4130**
Ca _{NH4OAc} - Ca _{AAE10}	-20,854	0,000	-3081**
Ca _{NH4OAc} - Ca _{KDKBa-1}	-0,536	0,593	-102 ^{öd}
Ca _{NH4OAc} - Ca _{KDKNH4-c}	-15,762	0,000	-2899**
Ca _{Morgan} - Ca _{Meh3}	-9,045	0,000	-5151**
Ca _{Morgan} - Ca _{AAE10}	-19,310	0,000	-4102**
Ca _{Morgan} - Ca _{KDKBa-1}	-5,072	0,000	-1123**
Ca _{Morgan} - Ca _{NH4-c}	-15,263	0,000	-3920**
Ca _{Meh3} - Ca _{AAE10}	2,263	0,027	1048**
Ca _{Meh3} - Ca _{KDKBa-1}	6,850	0,000	4028**
Ca _{Meh3} - Ca _{KDKNH4-c}	2,491	0,015	1230*
Ca _{AAE10} - Ca _{KDKBa-1}	11,411	0,000	2979**
Ca _{AAE10} - Ca _{KDKNH4-c}	1,387	0,170	182**
Ca _{Ba-1} - Ca _{KDKNH4-c}	-10,435	0,000	-2797**

Çizelge 4.71. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
NH ₄ OAc	Ca _{ICP}	731	4847	3124	989
	Ca _{Alev}	699	4900	3035	1076
Morgan	Ca _{ICP}	973	2492	2103	356
	Ca _{Alev}	899	2415	1932	341
Mehlich 3	Ca _{ICP}	931	21619	7253	4773
	Ca _{Alev}	950	22060	6962	4219
AAE10	Ca _{ICP}	1514	7697	6205	1997
	Ca _{Alev}	1495	7599	5922	1949
KDK _{Ba-1}	Ca _{ICP}	692	9633	3226	1875
	Ca _{Alev}	650	9599	3137	1822
KDK _{NH4-c}	Ca _{ICP}	801	9750	6023	2337
	Ca _{Alev}	812	10033	5926	2241

NH₄OAc toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} metodu kullanılarak 731-4847 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 699-4900 mg/kg yarayırlı Ca, Morgan toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} metodu kullanılarak 973-2492 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 899-2415 mg/kg yarayırlı Ca, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} metodu kullanılarak 931-21619 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 950-22060 mg/kg yarayırlı Ca, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} metodu kullanılarak 1514-7697 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 1495-7599 mg/kg yarayırlı Ca, KDK_{Ba-1} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} metodu kullanılarak 692-9633 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 650-9599 mg/kg yarayırlı Ca ve KDK_{NH4-c} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Ca_{ICP} metodu kullanılarak 801-9750 mg/kg, Ca_{Alev} metodu kullanılarak 812-10033 mg/kg yarayırlı Ca değerleri tespit edilmiştir (Çizelge 4.71. ve Ek Çizelge 1.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayırlı Ca ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Ca_{ICP} ve Ca_{Alev} kantitatif Ca belirleme metotları uygulanarak bulunan Ca miktarları arasındaki en yüksek ilişki Ca_{KDKBa-1} / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişki ise Ca_{Morgan} / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.72.).

Çizelge 4.72. Farklı kantitatif yarayırlı Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$Ca_{NH4OAc} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = 580,936 + 0,907 \cdot Ca_{Alev}$	0,986**
$Ca_{Morgan} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = 125,410 + 1,023 \cdot Ca_{Alev}$	0,981**
$Ca_{Meh3} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = -257,235 + 1,127 \cdot Ca_{Alev}$	0,997**
$Ca_{AAE10} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = 145,837 + 1,023 \cdot Ca_{Alev}$	0,998**
$Ca_{KDKBa-1} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = 103,127 + 1,028 \cdot Ca_{Alev}$	0,999**
$Ca_{KDKNH4-c} / Ca_{ICP} \times Ca_{Alev}$	$Ca_{ICP} = 64,095 + 1,041 \cdot Ca_{Alev}$	0,998**

Farklı yarayırlı Ca toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Ca belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayırlı Ca değerleri arasındaki farkların istatistikî yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.73.).

Çizelge 4.73. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı Ca (mg/kg)]

Yöntem / Metot *Metot	t değeri	p değeri	ΔCa (mg/kg)
$Ca_{NH4OAc} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	0,962	1,965	320 ^{öd}
$Ca_{Morgan} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	0,967	0,986	171 ^{öd}
$Ca_{Meh3} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	1,364	0,896	591 ^{öd}
$Ca_{AAE10} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	0,645	2,647	283 ^{öd}
$Ca_{KDKBa-1} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	0,455	3,645	189 ^{öd}
$Ca_{KDKNH4-c} / Ca_{ICP} - Ca_{Alev}$	0,634	1,962	297 ^{öd}

Çalışmada elde edilen sonuçlara bakıldığında, Ca_{Morgan} yöntemi ile gerçekleştirilen toprak ekstraksiyonu sonucunda bulunan yarayırlı Ca miktarının diğer uygulanan yöntemlere kıyasla en düşük miktarda bulunduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.67.). Ca_{Morgan} yönteminde kullanılan ekstraksiyon çözeltilisinin toprak/çözelti oranı 1:5'dir. Çalkalama süresi 15 dk'dır. Ekstraksiyon çözeltilisinin içerdiği NH_4^+ iyonu derişimi ve birim toprak örneği başına olan miktarı Ca_{NH4OAc} yöntemine kıyasla daha azdır. Bu durum K_{Morgan} yönteminin toprak örneklerinden Ca^{+2} iyonu ekstraksiyonunu olumsuz yönde etkilediği düşünülmektedir. Ca_{NH4OAc} yönteminde ise bir miktar $CaCO_3$ 'ün gerçekleştirilen bu ekstraksiyon işlemi²⁷ sırasında çözündüğü bu nedenle de toprak ekstraksiyon çözeltilisine bir miktar Ca^{+2} iyonunun geçmesine neden olduğu bundan ötürü Ca_{NH4OAc} yöntemi ile bulunan yarayırlı Ca değerlerinin Ca_{Morgan} yöntemiyle bulunan yarayırlı Ca değerlerine nazaran daha yüksek bulunmasına yol açtığı düşünülmektedir (Sparks et al., 1996).

²⁷ Ca_{Morgan} yöntemine kıyasla 15 dk daha fazla çalkalama yapılmaktadır.

Ca_{AAE10} ²⁸ yöntemi ile Ca_{Meh3} ²⁹ yöntemi ile bulunan yarayırlı Ca değerlerinin yüksek bulunmasındaki temel sebebin her iki yöntemin gerçekleştirilmesinde kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerlerinin düşük olması ile ilişkili olduğu dolayısıyla bu durumun toprakta değişim yüzeyleri üzerinde bulunan Ca^{+2} iyonlarının desorbsiyonu yanında örneklerin içerdiği kalsitin bir miktarının çözünmesine de yol açtığı düşünülmektedir. Ca_{AAE10} yönteminde ayrıca ekstraksiyon çözeltilsinin içerisinde bulunan 0,02 M EDTA'nın da Ca^{+2} iyonlarını şelatlaması toprak ekstraksiyon çözeltisi yük miktarının düşmesi ile Ca^{+2} iyonlarının değişim yüzeylerinden desorbsiyonunu artırıcı etkiye yol açtığı düşünülmektedir. $\text{Ca}_{\text{KDKBa-1}}$ ekstraksiyon yöntemi değiştirici kation olarak Ba^{+2} iyonları içermesi ve ardaşık tekrarlamalı ekstraksiyon yapılmasına karşın Ca_{AAE10} ve Ca_{Meh3} yöntemlerinden daha az Ca^{+2} 'yi ekstrakte edebilmiştir. Ba^{+2} iyonunun hidrate çapı Ca^{+2} iyonunun hidrate çapından daha büyüktür. Bu durumda (+2) yüklü her iki iyonun yani Ba^{+2} ve Ca^{+2} iyonunu desorbe etmesi zorlaşmaktadır. Çünkü kütlelerine göre Ca^{+2} 'nin yük oranı daha büyüktür. Bu durumun üstüne birde Ca^{+2} iyonunun hidrate çapının Ba^{+2} 'ye kıyasla daha küçük olması da eklenince Ba^{+2} iyonunun Ca^{+2} iyonunu adsorbe olduğu yerden desorbe etmesi zorlaşmaktadır. Bu duruma rağmen CaCO_3 etkisinin tamamen veya çok az olduğu $\text{Ca}_{\text{Morgan}}$, $\text{Ca}_{\text{NH40Ac}}$ yöntemlerine kıyasla daha fazla Ca^{+2} iyonu ekstrakte edilebilmiştir. $\text{Ca}_{\text{KDKNH4-c}}$ yöntemi ile ise $\text{Ca}_{\text{KDKBa-1}}$ yöntemine kıyasla daha fazla yarayırlı Ca ekstrakte edilebilmiştir. Bunun nedeninin ise $\text{Ca}_{\text{KDKNH4-c}}$ yönteminde ekstraksiyon işleminin süresinin etkili olduğu, ayrıca ekstraksiyon çözeltilsinin örnekle uzun süre muamele edilmesi hem adsorbe haldeki Ca^{+2} iyonlarının daha fazla desorbe olabildiği bunun yanında da toprak örneklerinde bulunan CaCO_3 'ün bu süre içerisinde bir miktar çözünerek ekstraksiyon çözeltilsine Ca^{+2} iyonu geçişine neden olduğu düşünülmektedir.

Araştırmada farklı toprak ekstraksiyonlarının uygulanması sonucunda bulunan yarayırlı Ca değerleri arasındaki ilişkilerin Alva (1993), Bibiso et al. (2015), McDonald et al. (1978), Michaelson et al. (1987), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Wang et al. (2004) ve Kraske et al. (1989) tarafından bulunan ilişkiler ile benzerlik gösterdiği, toprak örneklerinin içerdiği yarayırlı Ca miktarlarının ise Kuştutan vd. (2017), Aydın vd. (2005), Yener vd. (2002), FAO (1982) ve Yağmur ve Okur (2018) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan değerler ile aynı paralellikte olduğu tespit edilmiştir.

²⁸ pH=4,65, çalkalama süresi 60 dk, Çözelti 0,5 N CH_3COOH ile hazırlanıyor.

²⁹ pH=2,5, çözelti içinde 0,013 N HNO_3 bulunmakta. Ayrıca bu çözelti Ca-fosfatlara da etki ederek onları da çözmektedir.

4.2.1.5. Yarayışlı Magnezyum (Mg):

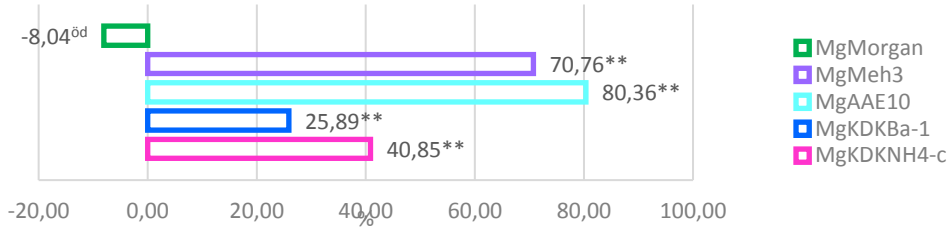
Toprak örneklerinin yarayışlı Mg içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 6 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.74. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.74. Yarayışlı Mg sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Mg _{NH₄OAc}	77	1157	448	262
Mg _{Morgan}	115	567	412	115
Mg _{Meh3}	187	1693	765	341
Mg _{AAE10}	138	1899	808	406
Mg _{KDKBa-1}	81	1543	564	354
Mg _{KDKNH4-c}	87	1761	631	376

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Mg değerlerinin; Mg_{NH₄OAc} yöntemiyle 77-1157 mg/kg, Mg_{Morgan} yöntemiyle 115-567 mg/kg, Mg_{Meh3} yöntemiyle 187-1693 mg/kg, Mg_{AAE10} yöntemiyle 138-1899 mg/kg, Mg_{KDKBa-1} yöntemiyle 81-1543 mg/kg ve Mg_{KDKNH4-c} yöntemiyle ise 87-1761 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı Ca sonuçlarına göre yöntemler; Mg_{Morgan} < Mg_{NH₄OAc} < Mg_{KDKBa-1} < Mg_{KDKNH4-c} < Mg_{Meh3} < Mg_{AAE10} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı Mg sonuçlarına göre en düşük yarayışlı Mg miktarları Mg_{Morgan} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı Mg miktarlarının ise Mg_{AAE10} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.74.).

Mg_{NH₄OAc} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı Mg değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, Mg_{Morgan} ekstraksiyon yöntemiyle %8,04 oranında daha düşük, Mg_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %70,76 oranında, Mg_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %80,36 oranında, Mg_{KDKBa-1} ekstraksiyon yöntemiyle %25,89 oranında ve Mg_{NH4-c} ekstraksiyon yöntemiyle ise %40,85 oranında daha yüksek yarayışlı Mg değerlerinin bulunduğu izlenmektedir (Bkz. Grafik 4.13.).

Grafik 4.13. Mg_{NH_4OAc} değerlerine göre % Δ Mg

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Mg ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Mg değerleri arasındaki en yüksek ilişki Mg_{NH_4OAc} X Mg_{KDKNH_4-c} ekstraksiyon yöntemleri arasında en düşük ilişki ise Mg_{AAE10} X $Mg_{KDKBa-1}$ ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Çizelge 4.75.).

Çizelge 4.75. Yarayışlı Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Mg_{NH_4OAc} X Mg_{KDKNH_4-c}	$Mg_{NH_4OAc} = 43,944 + 0,640 \cdot Mg_{KDKNH_4-c}$	0,918**
Mg_{NH_4OAc} X Mg_{Meh3}	$Mg_{NH_4OAc} = -79,927 + 0,691 \cdot Mg_{Meh3}$	0,898**
Mg_{Morgan} X Mg_{AAE10}	$Mg_{Morgan} = 208,287 + 0,252 \cdot Mg_{AAE10}$	0,892**
Mg_{Meh3} X Mg_{KDKNH_4-c}	$Mg_{Meh3} = 306,598 + 0,726 \cdot Mg_{KDKNH_4-c}$	0,799**
Mg_{AAE10} X Mg_{KDKNH_4-c}	$Mg_{AAE10} = 265,064 + 0,860 \cdot Mg_{KDKNH_4-c}$	0,795**
Mg_{NH_4OAc} X $Mg_{KDKBa-1}$	$Mg_{NH_4OAc} = 118,402 + 0,584 \cdot Mg_{KDKBa-1}$	0,788**
Mg_{NH_4OAc} X Mg_{AAE10}	$Mg_{NH_4OAc} = 33,262 + 0,514 \cdot Mg_{AAE10}$	0,786**
Mg_{Meh3} X Mg_{AAE10}	$Mg_{Meh3} = 233,472 + 0,658 \cdot Mg_{AAE10}$	0,783**
Mg_{Morgan} X Mg_{Meh3}	$Mg_{Morgan} = 211,360 + 0,262 \cdot Mg_{Meh3}$	0,779**
Mg_{Morgan} X Mg_{NH_4-c}	$Mg_{Morgan} = 261,694 + 0,237 \cdot Mg_{KDKNH_4-c}$	0,778**
Mg_{NH_4OAc} X Mg_{Morgan}	$Mg_{NH_4OAc} = -249,440 + 1,695 \cdot Mg_{Morgan}$	0,741**
Mg_{Ba-1} X Mg_{KDKNH_4-c}	$Mg_{Ba-1} = 123,793 + 0,698 \cdot Mg_{KDKNH_4-c}$	0,741**
Mg_{Meh3} X $Mg_{KDKBa-1}$	$Mg_{Meh3} = 367,137 + 0,704 \cdot Mg_{KDKBa-1}$	0,730**
Mg_{Morgan} X $Mg_{KDKBa-1}$	$Mg_{Morgan} = 291,779 + 0,212 \cdot Mg_{KDKBa-1}$	0,655**
Mg_{AAE10} X $Mg_{KDKBa-1}$	$Mg_{AAE10} = 403,702 + 0,716 \cdot Mg_{KDKBa-1}$	0,623**

Farklı Mg ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Mg sonuçlarının arasındaki farkların (Mg_{NH_4OAc} - Mg_{Morgan} ve Mg_{Meh3} - Mg_{AAE10} hariç) istatistiki yönden önemli (%95-%99) olduğu izlenmektedir (Bkz. Çizelge 4.76.).

Çizelge 4.76. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mg (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔMg (mg/kg)
Mg _{NH4OAc} - Mg _{Morgan}	1,562	0,123	37 ^{0d}
Mg _{NH4OAc} - Mg _{Meh3}	-16,700	0,000	-316**
Mg _{NH4OAc} - Mg _{AAE10}	-11,691	0,000	-360**
Mg _{NH4OAc} - Mg _{KDKBa-1}	-4,388	0,000	-116**
Mg _{NH4OAc} - Mg _{KDKNH4-c}	-8,840	0,000	-183**
Mg _{Morgan} - Mg _{Meh3}	-11,114	0,000	-353**
Mg _{Morgan} - Mg _{AAE10}	-10,588	0,000	-396**
Mg _{Morgan} - Mg _{KDKBa-1}	-4,318	0,000	-153**
Mg _{Morgan} - Mg _{NH4-c}	-6,130	0,000	-220**
Mg _{Meh3} - Mg _{AAE10}	-1,399	0,166	-43 ^{0d}
Mg _{Meh3} - Mg _{KDKBa-1}	6,462	0,000	200**
Mg _{Meh3} - Mg _{KDKNH4-c}	4,792	0,000	133**
Mg _{AAE10} - Mg _{KDKBa-1}	6,018	0,000	243**
Mg _{AAE10} - Mg _{KDKNH4-c}	5,772	0,000	176**
Mg _{KDKBa-1} - Mg _{KDKNH4-c}	-2,093	0,040	-67*

Farklı yarayışlı Mg ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Mg belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.77. ve Ek Çizelge 1.'de verilmektedir.

Çizelge 4.77. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
NH ₄ OAc	Mg _{ICP}	77	1157	448	262
	Mg _{AAS}	70	1059	432	252
Morgan	Mg _{ICP}	115	567	412	115
	Mg _{AAS}	109	550	397	114
Mehlich 3	Mg _{ICP}	187	1693	765	341
	Mg _{AAS}	180	1750	763	339
AAE10	Mg _{ICP}	138	1899	808	406
	Mg _{AAS}	140	1900	804	409
KDK _{Ba-1}	Mg _{ICP}	81	1543	564	354
	Mg _{AAS}	99	1603	566	359
KDK _{NH4-c}	Mg _{ICP}	87	1761	631	376
	Mg _{AAS}	92	1804	619	369

NH₄OAc toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 77-1157 mg/kg, Mg_{AAS} metodu kullanılarak 70-1059 mg/kg yarayışlı Mg, Morgan toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 115-567 mg/kg, Mg_{AAS} metodu kullanılarak 109-550 mg/kg yarayışlı Mg, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 187-1693 mg/kg, Mg_{AAS}

metodu kullanılarak 180-1750 mg/kg yarayırlı Mg, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 138-1899 mg/kg, Mg_{AAS} metodu kullanılarak 140-1900 mg/kg yarayırlı Mg, KDK_{Ba-1} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 81-1543 mg/kg, Mg_{AAS} metodu kullanılarak 99-1603 mg/kg yarayırlı Mg ve KDK_{NH4-c} toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Mg_{ICP} metodu kullanılarak 87-1761 mg/kg, Mg_{AAS} metodu kullanılarak 92-1804 mg/kg yarayırlı Mg değeri tespit edilmiştir.

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayırlı Mg ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} ve Mg_{AAS} kantitatif Mg belirleme metotları uygulanarak bulunan Mg miktarları arasındaki en yüksek ilişki $Mg_{NH4OAc} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ ve $Mg_{Morgan} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında, en düşük ilişki ise $Mg_{AAE10} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.78.).

Çizelge 4.78. Farklı kantitatif yarayırlı Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$Mg_{NH4OAc} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,942 + 1,039 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$Mg_{Morgan} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 13,684 + 1,003 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$Mg_{Meh3} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 0,302 + 1,002 \cdot Mg_{AAS}$	0,996**
$Mg_{AAE10} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 13,537 + 0,988 \cdot Mg_{AAS}$	0,994**
$Mg_{KDKBa-1} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 8,432 + 0,982 \cdot Mg_{AAS}$	0,997**
$Mg_{KDKNH4-c} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 3,013 + 1,014 \cdot Mg_{AAS}$	0,996**

Farklı yarayırlı Mg toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Mg belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayırlı Mg değeri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.79.).

Çizelge 4.79. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı Mg (mg/kg)]

Yöntem / Metot - Metot	t değeri	p değeri	ΔMg (mg/kg)
$Mg_{NH4OAc} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	1,256	0,965	15 ^{öd}
$Mg_{Morgan} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	1,155	0,845	14 ^{öd}
$Mg_{Meh3} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	0,556	0,580	2 ^{öd}
$Mg_{AAE10} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	0,678	0,520	4 ^{öd}
$Mg_{KDKBa-1} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	-0,457	0,649	2 ^{öd}
$Mg_{KDKNH4-c} / Mg_{ICP} - Mg_{AAS}$	1,652	0,060	12 ^{öd}

Toprak örneklerinin içerdiği değişebilir Mg içerikleri değerlerinin uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak değişim gösterdiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.74.). Yarayışlı Ca Analiz Sonuçlarının Karşılaştırıldığı bölümde ekstraksiyon yöntemlerinin ekstraksiyon çözeltisi kimyasal özelliklerinin ve yöntemlerin uygulanması sırasında ki farklılıklardan kaynaklanan etmenlerin etkileri ve sonuçları ekstrakte edilebilir Ca miktarı açısından irdelenmiştir. Buradan hareketle ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak ekstrakte edilebilen Mg içerikleri arasındaki ilişkilerinde aynı nedenlerden ötürü aynı şekilde cereyan ettiği ve sonuçların bu nedenlerden ötürü benzer şekilde bulunduğu düşünülmektedir. Çalışmada uygulanan ve pH değerleri düşük olan ekstraksiyon yöntemleri ile yüksek miktarlarda Mg ekstraksiyonunun gerçekleşmiş olması söz konusu ekstraksiyon yöntemlerinde kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin toprak örneklerinin yapısında bulunan magnesit ve dolomitin çözünmüş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Çalışmada uygulanan Mg_{Meh3} yöntemi ile Mg_{AAE10} yöntemi sonucunda elde edilen ekstrakte edilebilir Mg içerikleri birbiriyle karşılaştırıldığında; ekstrakte edilebilir Ca değerlerinden farklı olarak Mg_{AAE10} yöntemiyle bulunan Mg değerlerinin Mg_{Meh3} yöntemine kıyasla yüksek olduğu ancak söz konusu yöntemler ile bulunan yarayışlı Mg değerleri arasındaki farkın istatistiki yönden önemsiz olduğu bir başka ifade ile söz konusu iki yöntemin çalışmada kullanılan toprak örneklerinden ekstrakte edebildikleri dolayısıyla ekstraksiyon çözeltilerinin Mg ekstraksiyon kapasitelerinin aynı olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.74. ve Çizelge 4.76.).

Çalışmada toprak örneklerine uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemlerinin neticesinde bulunan yarayışlı Mg miktarları arasındaki ilişkilerin Alva (1993), Bibiso et al. (2015), Gartley et al. (2002), Hanlon and Johnson (1984), Jones and Piha (1989), McDonald et al. (1978), Michaelson et al. (1987), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Wang et al. (2004) ve Kraske et al. (1989) tarafından belirlenen ilişkiler ile benzerlik gösterdiği, araştırmada çalışmada kullanılan toprak örneklerinin alındığı bölgelerdeki yarayışlı Mg değerlerinin ise Kuştutan vd. (2017), Aydın vd. (2005), Yener vd. (2002), FAO (1982) ve Yağmur ve Okur (2018) tarafından belirlenmiş olan miktarlar ile aynı paralellikte olduğu belirlenmiştir.

4.2.1.6. Yarayışlı Demir (Fe):

Toprak örneklerinin yarayışlı Fe içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.80. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

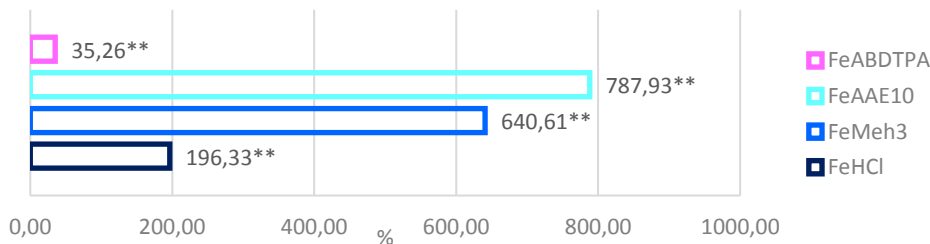
Çizelge 4.80. Yarayışlı Fe sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Fe _{DTPA}	1,99	41,96	9,53	7,36
Fe _{ABDTPA}	2,05	48,66	12,89	11,05
Fe _{AAE10}	26,93	180,60	84,62	35,03
Fe _{Meh3}	8,44	232,16	70,58	45,69
Fe _{HCl}	0,01	171,72	28,24	39,72

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanılarak bulunan yarayışlı Fe değerlerinin; Fe_{DTPA} yöntemiyle 1,99-41,96 mg/kg, Fe_{ABDTPA} yöntemiyle 2,05-48,66 mg/kg, Fe_{AAE10} yöntemiyle 26,93-180,60 mg/kg, Fe_{Meh3} yöntemiyle 8,44-232,16 mg/kg ve Fe_{HCl} yöntemiyle ise 0,01-171,72 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı Fe sonuçlarına göre yöntemler; Fe_{DTPA} < Fe_{ABDTPA} < Fe_{HCl} < Fe_{Meh3} < Fe_{AAE10} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı Fe sonuçlarına göre en düşük yarayışlı Fe miktarları Fe_{DTPA} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı Fe miktarlarının ise Fe_{AAE10} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.80.).

Fe_{DTPA} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı Fe değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, Fe_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle %35,26 oranında, Fe_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %787,93 oranında, Fe_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %640,61 oranında ve Fe_{HCl} ekstraksiyon yöntemiyle %196,33 oranında daha yüksek yarayışlı Fe değerlerinin bulunduğu görülmektedir (Grafik 4.14.).

Grafik 4.14. Fe_{DTPA} değerlerine göre %Δ Fe



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Fe ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Fe değerleri arasındaki en yüksek ilişki Fe_{DTPA} X Fe_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemleri en düşük ilişki ise Fe_{AAE10} X Fe_{HCl} ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Çizelge 4.81.).

Çizelge 4.81. Yarayışlı Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Fe_{DTPA} X Fe_{ABDTPA}	$Fe_{DTPA} = 1,914 + 0,591 \cdot Fe_{ABDTPA}$	0,888**
Fe_{ABDTPA} X Fe_{Meh3}	$Fe_{ABDTPA} = -2,070 + 0,212 \cdot Fe_{Meh3}$	0,877**
Fe_{ABDTPA} X Fe_{AAE10}	$Fe_{ABDTPA} = -6,940 + 0,234 \cdot Fe_{AAE10}$	0,743**
Fe_{DTPA} X Fe_{Meh3}	$Fe_{DTPA} = 1,150 + 0,119 \cdot Fe_{Meh3}$	0,738**
Fe_{DTPA} X Fe_{AAE10}	$Fe_{DTPA} = -2,136 + 0,138 \cdot Fe_{AAE10}$	0,657**
Fe_{AAE10} X Fe_{Meh3}	$Fe_{AAE10} = 49,882 + 0,492 \cdot Fe_{Meh3}$	0,642**
Fe_{Meh3} X Fe_{HCl}	$Fe_{Meh3} = 50,534 + 0,710 \cdot Fe_{HCl}$	0,617**
Fe_{ABDTPA} X Fe_{HCl}	$Fe_{ABDTPA} = 8,515 + 0,155 \cdot Fe_{HCl}$	0,557**
Fe_{DTPA} X Fe_{HCl}	$Fe_{DTPA} = 6,815 + 0,096 \cdot Fe_{HCl}$	0,519**
Fe_{AAE10} X Fe_{HCl}	$Fe_{AAE10} = 74,416 + 0,361 \cdot Fe_{HCl}$	0,410**

Farklı Fe ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Fe sonuçlarının arasındaki farkların tüm yöntem eşleşmelerinde %99 seviyesinde önemli olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.82.).

Çizelge 4.82. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Fe (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔFe (mg/kg)
$Fe_{DTPA} - Fe_{ABDTPA}$	-4,904	0,000	-3,36**
$Fe_{DTPA} - Fe_{AAE10}$	-20,166	0,000	-75,09**
$Fe_{DTPA} - Fe_{Meh3}$	-12,408	0,000	-61,05**
$Fe_{DTPA} - Fe_{HCl}$	-4,232	0,000	-18,71**
$Fe_{ABDTPA} - Fe_{AAE10}$	-21,260	0,000	-71,73**
$Fe_{ABDTPA} - Fe_{Meh3}$	-13,070	0,000	-57,68**
$Fe_{ABDTPA} - Fe_{HCl}$	-3,637	0,001	-15,35**
$Fe_{AAE10} - Fe_{Meh3}$	3,263	0,002	14,04**
$Fe_{AAE10} - Fe_{HCl}$	11,395	0,000	56,38**
$Fe_{Meh3} - Fe_{HCl}$	9,246	0,000	42,34**

Farklı yarayışlı Fe ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Fe belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.83.'de verilmektedir. DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Fe_{ICP} metodu kullanılarak 1,99-41,96 mg/kg, Fe_{AAS} metodu kullanılarak 1,98-41,76 mg/kg yarayışlı Fe, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Fe_{ICP} metodu

kullanılarak 2,05-48,66 mg/kg, Fe_{AAS} metodu kullanılarak 2,07-48,12 mg/kg yarayırlı Fe, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Fe_{ICP} metodu kullanılarak 26,93-180,60 mg/kg, Fe_{AAS} metodu kullanılarak 26,99-181,14 mg/kg yarayırlı Fe, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mg_{ICP} metodu kullanılarak 8,44-232,16 mg/kg, Fe_{AAS} metodu kullanılarak 8,29-232,99 mg/kg yarayırlı Fe ve 0,1 N HCl toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Fe_{ICP} metodu kullanılarak 0,01-171,72 mg/kg, Fe_{AAS} metodu kullanılarak 0,01-172,14 mg/kg yarayırlı değerleri tespit edilmiştir (Çizelge 4.83. ve Ek Çizelge 1.).

Çizelge 4.83. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
DTPA	Fe _{ICP}	1,99	41,96	9,53	7,36
	Fe _{AAS}	1,98	41,76	9,52	7,32
AB-DTPA	Fe _{ICP}	2,05	48,66	12,89	11,05
	Fe _{AAS}	2,07	48,12	12,85	11,09
AAE10	Fe _{ICP}	26,93	180,60	84,62	35,03
	Fe _{AAS}	26,99	181,14	84,70	35,10
Mehlich 3	Fe _{ICP}	8,44	232,16	70,58	45,69
	Fe _{AAS}	8,29	232,99	70,61	45,14
HCl	Fe _{ICP}	0,01	171,72	28,24	39,72
	Fe _{AAS}	0,01	172,14	28,27	38,99

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayırlı Fe ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Fe_{ICP} ve Fe_{AAS} kantitatif Fe belirleme metotları uygulanarak bulunan Fe miktarları arasındaki en yüksek ilişki Fe_{DTPA} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS}, Fe_{AAE10} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} ve Fe_{HCl} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişki ise Fe_{ABDTPA} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} ve Fe_{Meh3} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} metotları arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.84.).

Çizelge 4.84. Farklı kantitatif yarayırlı Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Fe _{DTPA} / Fe _{ICP} X Fe _{AAS}	Fe _{ICP} = 0,001 + 1,001*Fe _{AAS}	0,999**
Fe _{ABDTPA} / Fe _{ICP} X Fe _{AAS}	Fe _{ICP} = 0,003 + 1,005*Fe _{AAS}	0,998**
Fe _{AAE10} / Fe _{ICP} X Fe _{AAS}	Fe _{ICP} = 0,005 + 1,002*Fe _{AAS}	0,999**
Fe _{Meh3} / Fe _{ICP} X Fe _{AAS}	Fe _{ICP} = 0,007 + 0,988*Fe _{AAS}	0,998**
Fe _{HCl} / Fe _{ICP} X Fe _{AAS}	Fe _{ICP} = 0,006 + 1,007*Fe _{AAS}	0,999**

Farklı yarayışlı Fe toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Fe belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayışlı Fe değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.85.).

Çizelge 4.85. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Fe (mg/kg)]

Yöntem / Metot *Metot	t değeri	p değeri	ΔFe (mg/kg)
FeDTPA / FeICP - FeAAS	0,214	0,615	0,012 ^{öd}
FeABDTPA / FeICP - FeAAS	-0,318	0,718	-0,025 ^{öd}
FeAAE10 / FeICP - FeAAS	0,299	0,915	0,168 ^{öd}
FeMeh3 / FeICP - FeAAS	-0,412	0,565	-0,211 ^{öd}
FeHCl / FeICP - FeAAS	0,498	0,469	0,084 ^{öd}

Çalışmada DTPA ve AB-DTPA yöntemlerinde DTPA şelatlayıcısı, AAE10 ve Mehlich 3 yöntemlerinde EDTA şelatlayıcısı ve 0,1 N HCl yönteminde ise herhangi şelatlayıcı ajan kullanılmamıştır. DTPA ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerinde kullanılan DTPA maddesinin derişimi her iki çözelti için 0,005 M DTPA derişimi kullanılmakta ve her iki ekstraksiyon yönteminin toprak/çözelti oranı eşit³⁰ olarak uygulanmaktadır. Ancak DTPA ekstraksiyon yönteminde 120 dk süreyle ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemiyle ise 15 dk çalkalama işlemi yapılmaktadır. Toprakların ekstrakte edilebilir mikro besin elementi miktarlarının belirlenmesine yönelik pek çok yöntem uygulanmaktadır (Abreu et al., 2002; Gupta and Sinha, 2006; Fang et al., 2007; Obrodor et al., 2007; Chatzistathis et al., 2014; Soltanpour and Schwab, 1977; Lindsay and Norvell, 1978; Mehlich, 1984). Aynı toprak örneklerinin üzerinde farklı ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile istatistiki yönden farklı miktarlarda mikro bitki besin elementleri ekstrakte edilebilmektedir. Örneğin ekstraksiyon çözeltileri asidik olan ekstraksiyon yöntemleri ile topraktan ekstrakte edilebilen mikro bitki besin elementlerinin organik ve tuz çözeltilerinin kullanıldığı ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla miktarlarda mikro element ekstraksiyonun gerçekleştirilebildiği belirtilmektedir (Reisenauer, 1988; Chatzistathis et al., 2014). Cancela et al. (2002), asidik reaksiyonlu topraklarda aynı toprak örneklerine uygulanan DTPA ve Mehlich 3 yöntemleriyle ekstrakte edilebilen Fe, Cu, Zn ve Mn miktarlarının birbirinden farklı olduğunu ve Mehlich 3 ekstraksiyon yöntemi ile ekstrakte edilebilen Fe, Cu, Zn ve Mn değerlerinin tamamının DTPA ekstraksiyon yöntemine kıyasla daha fazla miktarda belirlendiğini belirtmektedir. Martens and Lindsay (1990), DTPA ekstraksiyon yöntemiyle ekstrakte edilebilen Fe değerlerinin

³⁰ 1:2

Soltanpour and Schwab tarafından önerilen ekstraksiyon yöntemiyle³¹ bulunan Fe sonuçları ile aynı paralellikte olduğunu belirtmektedir. Bunun yanında söz konusu aynı yöntemlerin ekstrakte edebildikleri Cu, Mn ve Zn miktarlarının DTPA yöntemine kıyasla sırasıyla ortalama olarak 0,3, 0,8 ve 0,5 mg/kg miktarlarında daha fazla belirlendiğini bildirmektedirler. Lindsay and Norvell (1969b, 1972), çalışmalarında asidik topraklarda Fe elementinin EDTA tarafından DTPA'ya kıyasla daha iyi şelatlanabildiğini belirtmektedirler. Bunun yanında Cu ve Zn elementlerinin şelatlanması sırasında EDTA'nın DTPA'ya oranla daha başarılı olduğunu belirtmektedirler (Garcia et al., 1997).

Topraklardan uygulanan bir mikro element ekstraksiyon yöntemiyle ekstrakte edilebilen mikro besin elementlerinin miktarı; toprak/çözelti oranı, ekstraksiyon çözeltisi pH değeri, şelatlayıcı ajanın varlığı, ekstraksiyonun uygulanma süresi, desorbsiyona yol açacak katyonun derişimi ve türü, örneklerin pH değerleri ile içerdikleri alkali katyonların miktarı ve baz doygunluğu içerisindeki katyonun dağılımı ve toprak örneğinin içerdği diğer elementlerin miktarının birlikte etki etmesi sonucunda oluşan fonksiyonun sonucunda farklılıklar göstermektedir. Çalışmada uygulanan ve toprak örneklerinin ekstrakte edilebilir Fe içeriklerinin belirlenmesi için uygulanan ekstraksiyon yöntemleri ile en düşük ekstrakte edilebilir Fe içerikleri Fe_{DTPA} yöntemiyle bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.80.). Bunu Fe_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemi ile belirlenen ekstrakte edilebilir Fe değerleri izlemektedir. Fe_{DTPA} ekstraksiyon yöntemiyle bulunan yarayışlı Fe içeriklerinin en düşük Fe_{ABDTPA} yöntemine kıyasla daha az çıkması üzerinde Fe_{DTPA} yönteminin toprak/çözelti oranının yüksek olması ile birlikte Fe_{ABDTPA} ekstraksiyon yönteminin değişim yüzeyleri üzerinde adsorbe haldeki Fe⁺² iyonlarının desorbsiyonu için NH₄⁺ iyonu içermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Fe_{HCl} toprak ekstraksiyon yöntemiyle DTPA ve AB-DTPA ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla Fe ekstrakte edilmiştir. 0,1 M HCl (3,646 gr) 0,05 M (5,004 gr) CaCO₃'ü nötralize³² edebilmektedir. Çalışmada kullanılan toprak örneklerinin ortalama CaCO₃ içerikleri ortalama %4,98 değerindedir. En yüksek CaCO₃ içeriği ise %19,15 olarak tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.11.). Sonuç olarak Fe_{HCl} ekstraksiyon yöntemiyle uygulanan ekstraksiyon çözeltisinin HCl içeriği örneklerde bulunan CaCO₃ miktarının tamamını nötralize etmeye yeterli durumdadır. En yüksek CaCO₃ içeriğine sahip toprak örneklerinde dahi ortamda miktarında azalma olmasına rağmen HCl kalmaktadır. Söz konusu ekstraksiyon çözeltisinin çalkalama süresi 5 dk olup bu süre yeterince değişebilir

³¹ AB-DTPA, pH=7,6 yöntemi

³² CaCO₃(s) + 2HCl(aq) → CaCl₂(aq) + H₂O(lt) + CO₂(gr)

yüzeylerde bulunan Fe^{+2} iyonlarının desorbsiyonuna yetmediği düşünülmektedir. Ayrıca H^+ iyonlarının hidrate çapları Fe^{+2} iyonlarının hidrate çaplarından³³ daha fazla ve yük şiddeti daha az olması Fe_{HCl} ekstraksiyon yönteminin Fe ekstraksiyon kabiliyetini azaltıcı yönde etkilediği düşünülmektedir. Fe_{Meh3} ekstraksiyon yöntemi düşük ekstraksiyon çözeltisi pH değeri, içerdiği HNO_3 , içerdiği NH_4^+ ve EDTA nedeniyle Fe_{DTPA} , $\text{Fe}_{\text{ABDTPA}}$ ve Fe_{HCl} yöntemlerine kıyasla toprak örneklerinden daha fazla Fe ekstrakte edebilmiştir. Fe_{Meh3} yöntemi toprak çözeltisi içinde çözünmüş halde bulunan Fe^{+2} iyonları, adsorbsiyon yüzeyleri adsorbe halde bulunan Fe^{+2} iyonlarını ayrıca toprak örneklerinin içerisinde bulunan Fe-fosfat, kaba kristalli Fe-Oksit ve Fe-OH gibi Fe içeren mineraller içerisinde bulunan Fe elementini de çözmek suretiyle etkili olmuş ve Fe_{Meh3} yönteminin Fe ekstraksiyon kapasitesini dolayısıyla toprak örneklerinden ekstrakte edilebilen Fe miktarının artmasına yol açmış olabileceği düşünülmektedir. Fe_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle diğer yöntemlere kıyasla en yüksek miktarda ekstrakte edilebilir Fe değerleri elde edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.80.). Söz konusu durumun ekstraksiyon çözeltisi pH değeri³⁴, yüksek EDTA derişimi³⁵ ve özellikle de diğer ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla uygulanan çalkalama süresinin etkili olduğu düşünülmektedir. Bunun yanında yine diğer ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla olan NH_4^+ iyonu fazlalığının da etken olduğu düşünülmektedir. Fe_{AAE10} ekstraksiyon yönteminde bulunan yüksek derişimdeki EDTA şelatlayıcısı örneklerin içerdiği değişebilir Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarından kaynaklanan etkinin azaltılmasına ve ortamda yeterince şelatlayıcının bulunması ile de daha fazla Fe-şelat kompleksinin oluşmasına dolayısıyla ekstraksiyon çözeltisinin Fe^{+2} iyonu miktarının ve azalması sonucunda değişebilir Fe içeren toprak rezervlerinden daha fazla Fe^{+2} iyonun çözeltiye geçmesini sağladığı düşünülmektedir. Araştırmada uygulanan ve toprak örneklerinin farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı Fe içerikleri arasında, uygulanan ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak farklılıkların meydana geldiği tespit edilmiştir. Söz konusu farklılıkların istatistiki yönden durumu test edilmiş, test sonucunda uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı Fe miktarlarının tüm yöntemler arasında istatistiki yönden önemli düzeyde anlamlı ve farklı olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.82.). Bulunan sonuçlar çalışmada uygulanan yarayışlı Fe ekstraksiyon yöntemlerinin uygulamada kullanılan ekstraksiyon çözeltisi kimyasal bileşimi, özellikleri ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama farklılıkları ile birlikte toprak örneklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin de birlikte etki etmesi sonucunda toprak örneklerinde

³³ Fe^{+2} hidrate yarı çapı= 0,291 Å, H^+ hidrate yarı çapı=0,330 Å (Marcus, 1991).

³⁴ pH=4,65

³⁵ 0,02 M EDTA (DTPA→0,005 M DTPA; AB-DTPA→0,005 M DTPA; Mehlich 3→ 0,001 M EDTA)

bulunan Fe rezervlerinin üzerinde farklı düzeylerde etkili oldukları bulunmuştur. Dolayısıyla uygulanan yarayışlı Fe ekstraksiyon yöntemlerinin toprakta bulunan serbest, değişebilir, değişebilir olmayan ve bileşenlerin yapısında bulunan Fe elementi içeriklerini etkileme ve ekstrakte etme kabiliyeti bakımından farklı düzey, oran ve miktarlarda etkin oldukları düşünülmektedir.

Çalışmada farklı ekstraksiyon yöntemlerinin kullanılması ile bulunan yarayışlı Fe miktarları arasında bulunan ilişkilerin Cancela et al. (2002), Chatzistathis et al. (2014), Garcia et al. (1997), Gartley et al. (2002), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Sarto et al. (2011), Schmisek et al. (1998), Shahandeh et al. (1994), Wang et al. (2004) ve Vocasek and Friedericks (1994) tarafından elde edilen bulgular ile benzer yönde olduğu, toprak örneklerinin yarayışlı Fe içeriklerinin ise Yağmur ve Okur (2018), Aydın vd. (2005) ve Kuştutan vd. (2017) tarafından yapılan çalışmalarda bulunan yarayışlı Fe miktarları ile paralellik içerisinde olduğu görülmüştür.

4.2.1.7. Yarayışlı Bakır (Cu):

Toprak örneklerinin yarayışlı Cu içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.86. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.86. Yarayışlı Cu sonuçları (mg/kg)

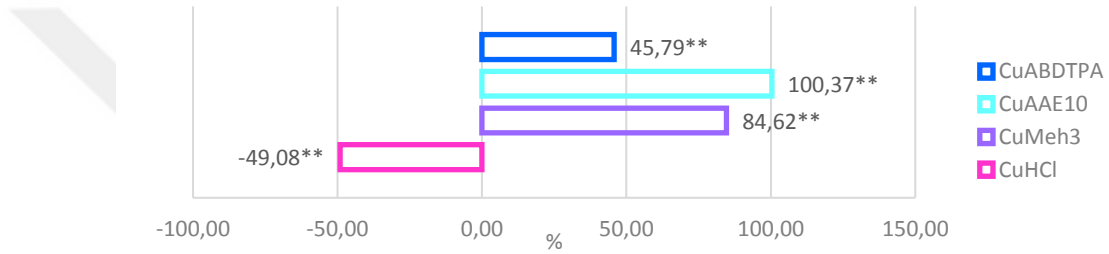
Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Cu _{DTPA}	0,27	8,12	2,73	1,96
Cu _{ABDTPA}	0,25	18,81	3,98	3,69
Cu _{AAE10}	0,92	28,30	5,47	4,71
Cu _{Meh3}	1,19	19,24	5,04	3,55
Cu _{HCl}	0,05	9,30	1,39	2,08

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Cu değerlerinin; Cu_{DTPA} yöntemiyle 0,27-8,12 mg/kg, Cu_{ABDTPA} yöntemiyle 0,25-18,81 mg/kg, Cu_{AAE10} yöntemiyle 0,92-28,30 mg/kg, Cu_{Meh3} yöntemiyle 1,19-19,24 mg/kg ve Cu_{HCl} yöntemiyle ise 0,05-9,30 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı Cu sonuçlarına göre yöntemler; Cu_{HCl} < Cu_{DTPA} < Cu_{ABDTPA} < Cu_{Meh3} < Cu_{AAE10} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı Cu sonuçlarına göre en düşük yarayışlı Cu miktarları

Cu_{HCl} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı Cu miktarlarının ise Cu_{AAE10} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.86.).

Cu_{DTPA} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı Cu değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, $\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$ ekstraksiyon yöntemiyle %45,79 oranında, Cu_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %100,37 oranında, Cu_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %84,62 oranında daha yüksek, Cu_{HCl} ekstraksiyon yöntemiyle ise %49,08 oranında daha düşük değerlerde yarayışlı Cu değerlerinin bulunduğu tespit edilmiştir (Grafik 4.15.).

Grafik 4.15. Cu_{DTPA} değerlerine göre % Δ Cu



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişki Cu_{AAE10} X Cu_{Meh3} yöntemleri arasında en düşük ilişki ise $\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$ X Cu_{HCl} yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.87.).

Çizelge 4.87. Yarayışlı Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Cu_{AAE10} X Cu_{Meh3}	$\text{Cu}_{\text{AAE10}} = -1,034 + 1,291 \cdot \text{Cu}_{\text{Meh3}}$	0,973**
$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$ X Cu_{Meh3}	$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}} = -0,785 + 0,945 \cdot \text{Cu}_{\text{Meh3}}$	0,911**
$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$ X Cu_{AAE10}	$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}} = 0,084 + 0,712 \cdot \text{Cu}_{\text{AAE10}}$	0,910**
Cu_{DTPA} X Cu_{Meh3}	$\text{Cu}_{\text{DTPA}} = 0,681 + 0,406 \cdot \text{Cu}_{\text{Meh3}}$	0,734**
Cu_{DTPA} X $\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$	$\text{Cu}_{\text{DTPA}} = 1,258 + 0,369 \cdot \text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$	0,692**
Cu_{DTPA} X Cu_{AAE10}	$\text{Cu}_{\text{DTPA}} = 1,157 + 0,287 \cdot \text{Cu}_{\text{AAE10}}$	0,688**
Cu_{DTPA} X Cu_{HCl}	$\text{Cu}_{\text{DTPA}} = 2,016 + 0,513 \cdot \text{Cu}_{\text{HCl}}$	0,543**
Cu_{Meh3} X Cu_{HCl}	$\text{Cu}_{\text{Meh3}} = 4,133 + 0,652 \cdot \text{Cu}_{\text{HCl}}$	0,382**
Cu_{AAE10} X Cu_{HCl}	$\text{Cu}_{\text{AAE10}} = 4,275 + 0,862 \cdot \text{Cu}_{\text{HCl}}$	0,380**
$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}}$ X Cu_{HCl}	$\text{Cu}_{\text{ABDTPA}} = 3,330 + 0,467 \cdot \text{Cu}_{\text{HCl}}$	0,263*

Farklı Cu ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Cu değerleri arasındaki farkların %99 ve %95 seviyesinde anlamlı düzeyde bulunduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.88.).

Çizelge 4.88. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Cu (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔCu (mg/kg)
CuDTPA - CuABDTPA	-3,789	0,000	-1,25**
CuDTPA - CuAAE10	-6,199	0,000	-2,74**
CuDTPA - CuMeh3	-7,635	0,000	-2,31**
CuDTPA - CuHCl	5,709	0,000	1,34**
CuABDTPA - CuAAE10	-6,026	0,000	-1,49**
CuABDTPA - CuMeh3	-5,694	0,000	-1,06**
CuABDTPA - CuHCl	5,739	0,000	2,59**
CuAAE10 - CuMeh3	2,372	0,021	0,43*
CuAAE10 - CuHCl	7,711	0,000	4,08**
CuMeh3 - CuHCl	8,961	0,000	3,65**

Farklı yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemleri uygulanmak suretiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği Cu miktarının kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak kullanılan Cu_{ICP} ve Cu_{AAS} metotlarının uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Cu miktarları Çizelge 4.89. ve Ek Çizelge 1.'de bir araya getirilerek sunulmuştur.

Çizelge 4.89. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Cu Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
DTPA	Cu _{ICP}	0,27	8,12	2,73	1,96
	Cu _{AAS}	0,26	8,11	2,72	1,95
AB-DTPA	Cu _{ICP}	0,25	18,81	3,98	3,69
	Cu _{AAS}	0,25	18,85	3,99	3,68
AAE10	Cu _{ICP}	0,92	28,30	5,47	4,71
	Cu _{AAS}	0,91	28,24	5,46	4,72
Mehlich 3	Cu _{ICP}	1,19	19,24	5,04	3,55
	Cu _{AAS}	1,20	19,30	5,05	3,56
HCl	Cu _{ICP}	0,05	9,30	1,39	2,08
	Cu _{AAS}	0,06	9,27	1,38	2,07

DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Cu_{ICP} metodu kullanılarak 0,27-8,12 mg/kg, Cu_{AAS} metodu kullanılarak 0,26-8,11 mg/kg yarayışlı Cu, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Cu_{ICP} metodu kullanılarak 0,25-18,81 mg/kg, Cu_{AAS} metodu kullanılarak 0,25-18,85 mg/kg yarayışlı Cu, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Cu_{ICP} metodu kullanılarak 0,92-28,30 mg/kg, Cu_{AAS} metodu kullanılarak 0,91-28,24 mg/kg yarayışlı Cu, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Cu_{ICP} metodu kullanılarak 1,19-19,24 mg/kg, Cu_{AAS} metodu kullanılarak 1,20-19,30 mg/kg

yarayışlı Cu ve 0,1 N HCl toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Cu_{ICP} metodu kullanılarak 0,05-9,30 mg/kg, Cu_{AAS} metodu kullanılarak 0,06-9,27 mg/kg yarayışlı Cu değerleri tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.89.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Cu_{ICP} ve Cu_{AAS} kantitatif analiz metotları ile bulunan Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişki Cu_{DTPA} X Cu_{AAE10} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda elde edilmiştir. En düşük ilişki ise Cu_{ABDTPA}, Cu_{Meh3} ve Cu_{HCl} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda meydana gelmiştir (Çizelge 4.90.).

Çizelge 4.90. Farklı kantitatif yarayışlı Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Cu _{DTPA} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,002 + 1,002*Cu _{AAS}	0,999**
Cu _{ABDTPA} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,005 + 1,009*Cu _{AAS}	0,998**
Cu _{AAE10} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,003 + 1,003*Cu _{AAS}	0,999**
Cu _{Meh3} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,009 + 0,991*Cu _{AAS}	0,998**
Cu _{HCl} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,002 + 1,003*Cu _{AAS}	0,998**

Farklı yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Cu belirleme metodu kullanılarak bulunan Cu değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.91.).

Çizelge 4.91. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Cu (mg/kg)]

Yöntem / Metot *Metot	t değeri	p değeri	ΔCu (mg/kg)
Cu _{DTPA} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,315	0,615	0,025 ^{öd}
Cu _{ABDTPA} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-0,418	0,718	-0,073 ^{öd}
Cu _{AAE10} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,318	0,915	0,010 ^{öd}
Cu _{Meh3} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-0,568	0,565	-0,075 ^{öd}
Cu _{HCl} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,699	0,469	0,014 ^{öd}

Cu_{DTPA} toprak ekstraksiyon yönteminde bulunan değişebilir Cu miktarları Cu_{HCl} toprak ekstraksiyon yöntemine kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Bu durum söz konusu toprak ekstraksiyon yönteminde organik yapıda kompleks oluşturuıcı DTPA'nın kullanılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. DTPA toprak

ekstraksiyon çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilen mikro element ekstraksiyonunda ekstraksiyon çözeltisi toprakta bulunan mikro elementler ile suda çözünebilir kompleksler oluşturmaktadır. Bu sırada DTPA ile şelat komplekslerinin oluşumu ekstraksiyon çözeltisi dolayısıyla toprak çözeltisinin iyonik dengesinin değişimine yol açmakta bunun sonucunda da değişebilir halde bulunan Cu elementinin değişim noktalarından desorbsiyonunu sağlamak suretiyle etki ettiği belirtilmektedir (Lindsay and Norvell, 1978). Cu_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon yöntemine kıyasla daha düşük Cu içeriklerinin bulunması ise AB-DTPA çözeltisi içerisinde bulunan 1 M NH_4HCO_3 'den kaynaklandığı dolayısıyla toprak ekstraksiyon yönteminin yüksek derişimde içerdiği NH_4^+ iyonlarının Cu^{+2} iyonlarının desorbsiyonunu daha etkin bir şekilde yerine getirdiği düşünülmektedir. Cu_{Meh3} toprak ekstraksiyon yöntemiyle Cu_{HCl} , Cu_{DTPA} ve Cu_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha fazla Cu_{AAE10} toprak ekstraksiyon yöntemine kıyasla ise daha az Cu'ın ekstrakte edilebildiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.86.). Cu_{Meh3} toprak ekstraksiyon yönteminde 0,001 M EDTA kullanılmaktadır. Ayrıca toprak ekstraksiyon yönteminin pH değeri 2,5'e ayarlanmaktadır. Söz konusu yöntemin ayrıca ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan NH_4F , HNO_3 ve diğer kimyasal bileşiklerin Fe/Al-Oksit-Hidroksitler tarafından adsorbe edilmiş halde bulunan Cu rezervlerini etkileyerek çözdüğünü bunun yanında NH_4F ile bazı fosfor fraksiyonlarına dahil olmuş Cu rezervlerinin de etkilenerek ekstrakte edilebilir Cu içeriklerinin yüksek bulunmasına neden olduğu düşünülmektedir. Cu_{Meh3} ekstraksiyon çözeltisinin aynı zamanda içerdiği EDTA kleyti ve bu şelatın Cu şelatlaması bakımından uygun bir pH aralığında olması nedeniyle Cu şelat oluşumunun olumlu olarak etkilendiği dolayısıyla toprak ekstraksiyon çözeltisi kimyasal bileşimi, pH değeri ve şelatlayıcı ajanın birlikte etki etmesi yoluyla elde edilen sonuçların bu yönden bulunmasında etkili olduğu düşünülmektedir (AkzoNobel, 2015; Garcia et al., 1997; Sims, 1989; Mehlich, 1984). Cu_{AAE10} toprak ekstraksiyon yöntemi içerdiği NH_4^+ iyonları, düşük ekstraksiyon çözeltisi pH değeri ve en önemlisi yüksek EDTA derişimi³⁶ ile ekstraksiyon çözeltisi/toprak çözeltisi içerisinde bulunan Cu^{+2} iyonu derişimini şelatlamak suretiyle maskeleyiş bunun sonucunda ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan Cu^{+2} iyonlarının derişiminin düşmesine dolayısıyla adsorbe halde bulunan Cu^{+2} iyonlarının çözeltiye geçişini, çözeltide bulunan Cu^{+2} iyonlarının dengesinin³⁷ aleyhine olacak şekilde bozulmasına yol açmak suretiyle atırcı etki oluşturmaya neden olduğu bu etki sebebiyle de çalışmada uygulanan yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemleri arasında en yüksek yarayışlı Cu ekstraksiyon değerlerinin söz konusu yöntemle elde edildiği

³⁶ 0,02 M EDTA (0,005 M DTPA, 0,001 M EDTA)

³⁷ $Cu^{+2}_{Çözelti} \leftrightarrow Cu^{+2}_{Adsorbe}$

düşünülmektedir. Çalışmada uygulanan ve toprak örneklerinin farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı Cu içerikleri arasında uygulanan ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak farklılıkların bulunduğu tespit edilmiştir. Söz konusu farklılıkların istatistiki yönden anlamlılık ve önem durumu test edilmiş ve uygulanan yöntemler ile bulunan yarayışlı Cu miktarlarının tüm yöntemler arasında istatistiki yönden önemli düzeyde farklı olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.88.). Elde edilen veriler doğrultusunda araştırmada uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı Cu içeriklerinin ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan ekstraksiyon çözeltisi kimyasal bileşimi ve özelliklerine bağlı olarak, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama farklılıkları ile birlikte toprak örneklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin de rol oynamasıyla, örneklerde bulunan Cu rezervleri ile farklı düzeylerde etkileşim içerisine girdiği belirlenmiştir. Dolayısıyla uygulanan yarayışlı Cu ekstraksiyon yöntemlerinin toprakta bulunan serbest, değişebilir, değişebilir olmayan ve bileşenlerin yapısında bulunan Cu elementi içeriklerini ekstrakte etme kabiliyeti bakımından farklı düzey, oran ve miktarlarda etkili oldukları düşünülmektedir.

Çalışmada farklı ekstraksiyon yöntemlerinin toprak örnekleri üzerinde uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Cu miktarlarının arasındaki ilişkilerin Cancela et al. (2002), Garcia et al. (1997), Gartley et al. (2002), Ponnampereuma et al. (1981), Pradhan et al. (2015), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Sarto et al. (2011), Schmisek et al. (1998), Selvarajah et al. (1982), Sobral et al. (2013), Vocasek and Friedericks (1994) ve Wang et al. (2004) tarafından bulunan sonuçlar ile benzer yönde olduğu, çalışmada kullanılan toprak örneklerinin yarayışlı Cu içeriklerinin ise Yağmur ve Okur (2018), Aydın vd. (2005) ve Kuştutan vd. (2017) tarafından bildirilen değerler ile paralellik göstermekte olduğu belirlenmiştir.

4.2.1.8. Yarayırlı Çinko (Zn):

Toprak örneklerinin yarayırlı Zn içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.92. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

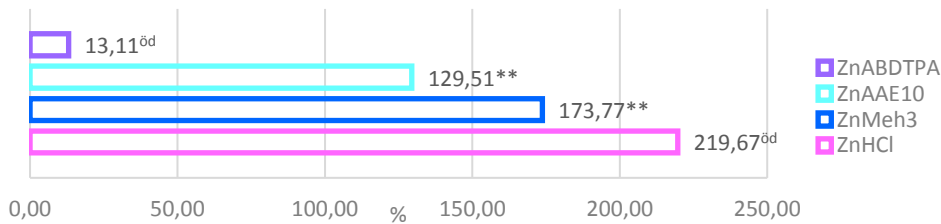
Çizelge 4.92. Yarayırlı Zn sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Zn _{DTPA}	0,10	7,02	0,61	0,93
Zn _{ABDTPA}	0,08	9,40	0,69	1,27
Zn _{AAE10}	0,13	14,88	1,40	1,99
Zn _{Meh3}	0,01	28,15	1,67	3,68
Zn _{HCl}	0,01	56,00	1,95	6,89

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayırlı Zn değerlerinin; Zn_{DTPA} yöntemiyle 0,10-7,02 mg/kg, Zn_{ABDTPA} yöntemiyle 0,08-9,40 mg/kg, Zn_{AAE10} yöntemiyle 0,13-14,88 mg/kg, Zn_{Meh3} yöntemiyle 0,01-28,15 mg/kg ve Zn_{HCl} yöntemiyle ise 0,01-56,00 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayırlı Zn sonuçlarına göre yöntemler; Zn_{DTPA} < Zn_{ABDTPA} < Zn_{AAE10} < Zn_{Meh3} < Zn_{HCl} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayırlı Zn sonuçlarına göre en düşük yarayırlı Zn miktarları Zn_{DTPA} yöntemiyle, en yüksek yarayırlı Zn miktarlarının ise Zn_{HCl} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.92.).

Zn_{DTPA} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayırlı Zn değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, Zn_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle %13,11 oranında, Zn_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %129,51 oranında, Zn_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %173,77 oranında ve Zn_{HCl} ekstraksiyon yöntemiyle ise %219,67 oranında daha yüksek değerlerde yarayırlı Zn değerlerinin bulunduğu tespit edilmiştir (Grafik 4.16.).

Grafik 4.16. Zn_{DTPA} değerlerine göre %Δ Zn



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Zn ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Zn değerleri arasındaki en yüksek ilişki $Zn_{ABDTPA} \times Zn_{AAE10}$ yöntemleri arasında en düşük ilişki ise $Zn_{DTPA} \times Zn_{HCl}$ yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.93.).

Çizelge 4.93. Yarayışlı Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$Zn_{ABDTPA} \times Zn_{AAE10}$	$Zn_{ABDTPA} = -0,192 + 0,634 \cdot Zn_{AAE10}$	0,993**
$Zn_{ABDTPA} \times Zn_{Meh3}$	$Zn_{ABDTPA} = 0,127 + 0,340 \cdot Zn_{Meh3}$	0,982**
$Zn_{AAE10} \times Zn_{Meh3}$	$Zn_{AAE10} = 0,515 + 0,529 \cdot Zn_{Meh3}$	0,977**
$Zn_{DTPA} \times Zn_{ABDTPA}$	$Zn_{DTPA} = 0,119 + 0,712 \cdot Zn_{ABDTPA}$	0,974**
$Zn_{DTPA} \times Zn_{AAE10}$	$Zn_{DTPA} = -0,017 + 0,451 \cdot Zn_{AAE10}$	0,965**
$Zn_{DTPA} \times Zn_{Meh3}$	$Zn_{DTPA} = 0,209 + 0,242 \cdot Zn_{Meh3}$	0,957**
$Zn_{Meh3} \times Zn_{HCl}$	$Zn_{Meh3} = 0,691 + 0,504 \cdot Zn_{HCl}$	0,945**
$Zn_{ABDTPA} \times Zn_{HCl}$	$Zn_{ABDTPA} = 0,364 + 0,170 \cdot Zn_{HCl}$	0,921**
$Zn_{AAE10} \times Zn_{HCl}$	$Zn_{AAE10} = 0,882 + 0,266 \cdot Zn_{HCl}$	0,919**
$Zn_{DTPA} \times Zn_{HCl}$	$Zn_{DTPA} = 0,374 + 0,123 \cdot Zn_{HCl}$	0,910**

Farklı Zn ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Zn değerleri arasındaki farkların $Zn_{DTPA} - Zn_{AAE10}$, $Zn_{DTPA} - Zn_{Meh3}$, $Zn_{ABDTPA} - Zn_{AAE10}$ ve $Zn_{ABDTPA} - Zn_{Meh3}$ yöntemleri arasında %99 seviyesinde anlamlı düzeyde olduğu diğer yöntemler arasında ise meydana gelen farkların önemsiz düzeyde olduğu görülmektedir (Çizelge 4.94.).

Çizelge 4.94. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Zn (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔZn (mg/kg)
$Zn_{DTPA} - Zn_{ABDTPA}$	-1,584	0,118	-0,08 ^{öd}
$Zn_{DTPA} - Zn_{AAE10}$	-5,783	0,000	-0,79**
$Zn_{DTPA} - Zn_{Meh3}$	-3,119	0,003	-1,06**
$Zn_{DTPA} - Zn_{HCl}$	-1,818	0,074	-1,34 ^{öd}
$Zn_{ABDTPA} - Zn_{AAE10}$	-7,800	0,000	-0,70**
$Zn_{ABDTPA} - Zn_{Meh3}$	-3,306	0,002	-0,98**
$Zn_{ABDTPA} - Zn_{HCl}$	-1,801	0,076	-1,25 ^{öd}
$Zn_{AAE10} - Zn_{Meh3}$	-1,264	0,211	-0,27 ^{öd}
$Zn_{AAE10} - Zn_{HCl}$	-0,884	0,380	-0,55 ^{öd}
$Zn_{Meh3} - Zn_{HCl}$	-0,627	0,533	-0,28 ^{öd}

Farklı yarayışlı Zn ekstraksiyon yöntemleri uygulanmak suretiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği Zn miktarının kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak kullanılan Zn_{ICP} ve Zn_{AAS} metodlarının uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Zn miktarları Çizelge 4.95. ve Ek Çizelge 1.'de bir araya getirilerek sunulmuştur.

Çizelge 4.95. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Cu Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
DTPA	Zn _{ICP}	0,10	7,02	0,61	0,93
	Zn _{AAS}	0,11	7,01	0,61	0,94
AB-DTPA	Zn _{ICP}	0,08	9,40	0,69	1,27
	Zn _{AAS}	0,09	9,42	0,70	1,28
AAE10	Zn _{ICP}	0,13	14,88	1,40	1,99
	Zn _{AAS}	0,14	14,85	1,41	1,97
Mehlich 3	Zn _{ICP}	0,01	28,15	1,67	3,68
	Zn _{AAS}	0,01	28,23	1,68	3,69
HCl	Zn _{ICP}	0,01	56,00	1,95	6,89
	Zn _{AAS}	0,01	55,83	1,94	6,87

DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Zn_{ICP} metodu kullanılarak 0,10-7,02 mg/kg, Zn_{AAS} metodu kullanılarak 0,11-7,01 mg/kg yarayıslı Zn, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Zn_{ICP} metodu kullanılarak 0,08-9,40 mg/kg, Zn_{AAS} metodu kullanılarak 0,09-9,42 mg/kg yarayıslı Zn, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Zn_{ICP} metodu kullanılarak 0,13-14,88 mg/kg, Zn_{AAS} metodu kullanılarak 0,14-14,85 mg/kg yarayıslı Zn, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Zn_{ICP} metodu kullanılarak 0,01-28,15 mg/kg, Zn_{AAS} metodu kullanılarak 0,01-28,23 mg/kg yarayıslı Zn ve 0,1 N HCl toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Zn_{ICP} metodu kullanılarak 0,01-56,00 mg/kg, Zn_{AAS} metodu kullanılarak 0,01-55,83 mg/kg yarayıslı Zn değerleri tespit edilmiştir (Çizelge 4.95.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayıslı Zn ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Zn_{ICP} ve Zn_{AAS} kantitatif analiz metotları ile bulunan Zn değerleri arasındaki en yüksek ilişki Zn_{DTPA} ve Zn_{AAE10} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda elde edilmiştir. En düşük ilişki ise Zn_{ABDTPA}, Zn_{Meh3} ve Zn_{HCl} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda meydana gelmiştir (Bkz. Çizelge 4.96.).

Çizelge 4.96. Farklı kantitatif yarayırlı Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$Zn_{DTPA} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,003 + 1,003 \cdot Zn_{AAS}$	0,999**
$Zn_{ABDTPA} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,006 + 1,010 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**
$Zn_{AAE10} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,004 + 1,009 \cdot Zn_{AAS}$	0,999**
$Zn_{Meh3} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,010 + 0,996 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**
$Zn_{HCl} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,003 + 1,006 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**

Farklı yarayırlı Zn ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Zn belirleme metodu kullanılarak bulunan Zn değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.97.).

Çizelge 4.97. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı Zn (mg/kg)]

Yöntem / Metot *Metot	t değeri	p değeri	ΔZn (mg/kg)
$Cu_{DTPA} / Cu_{ICP} - Cu_{AAS}$	1,000	0,321	0,0001 ^{bd}
$Cu_{ABDTPA} / Cu_{ICP} - Cu_{AAS}$	-1,350	0,182	-0,0004 ^{bd}
$Cu_{AAE10} / Cu_{ICP} - Cu_{AAS}$	1,456	0,155	0,0012 ^{bd}
$Cu_{Meh3} / Cu_{ICP} - Cu_{AAS}$	-0,989	0,256	-0,0042 ^{bd}
$Cu_{HCl} / Cu_{ICP} - Cu_{AAS}$	1,125	0,356	0,0057 ^{bd}

Çalışmada kullanılan farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yarayırlı Zn değerleri Çizelge 4.92.'den görülebilmektedir. Farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayırlı Zn değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden sonuçları ise Çizelge 4.94.'dan izlenebilmektedir. Her iki çizelgede sunulan veriler incelendiğinde, Zn_{DTPA} ve Zn_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yarayırlı Zn değerleri arasında meydana gelen farkların istatistiki yönden önemli düzeyde bulunmadığı görülebilmektedir. Zn_{DTPA} ve Zn_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerleri birbirine çok yakındır³⁸. Bu durum uygulanan ekstraksiyon işlemi sırasında pH'dan etkilenen ve buna bağlı olarak değişen Zn yarayırlılığını dolayısıyla ekstraksiyon çözeltisi tarafından topraktan ekstrakte edilebilen Zn miktarını aynı oranda etkilemesi nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir. Söz konusu sonuçlar diğer ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen yarayırlı Zn değerleri de birlikte değerlendirildiğinde; toprak örneklerinden Zn ekstraksiyonu sırasında adsorbe halde bulunan Zn'nun ekstraksiyon çözeltilerinde bulunan katyondan etkilenmediğini göstermektedir. Aynı zamanda toprak/ekstraksiyon çözeltisi

³⁸ Zn_{DTPA} pH=7,3, Zn_{ABDTPA} pH=7,6

oranları aynı olan ekstraksiyon yöntemlerinin ekstrakte edilebilir Zn değerleri arasında oluşan yarayışlı Zn değeri farklarının bundan ötürü oluşmadığı düşünülmektedir³⁹. Dolayısıyla aynı toprak/ekstraksiyon çözeltisi oranlarına sahip Zn_{DTPA} ve Zn_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon yöntemlerinin ekstrakte edilebilir Zn değerlerinin aynı bulunması bunun bir doğal sonucu olarak kabul edilmiştir. Zn_{AAE10} , Zn_{Meh3} ve Zn_{HCl} toprak ekstraksiyon yöntemlerinin toprak/çözelti oranları 1/10 olup bu oranlar üç yöntemde de aynıdır. Söz konusu üç toprak ekstraksiyon yönteminin ekstraksiyon çözeltisi pH değerleri ise sırasıyla 4,65, 2,5 ve <2,0'dır. Görüldüğü üzere ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerleri birbirine yakın ve asidik durumdadır. Topraklardan Zn elementinin yarayışlılığı ve toprak çözeltisine çözünerek veya desorbe olarak geçişi üzerine en etkili faktörün pH değeri olduğu, pH değerinin azalışı ile ekstrakte edilebilir Zn değerinin arttığı ve pH değerinin yükselişine bağlı olarak ise ekstrakte edilebilir Zn değeri azalmaktadır (Mengel, 1991, Kacar, 1984; Kacar ve Katkat, 1998; Çakmak, 1988). Birbirine yakın pH değerine sahip yarayışlı Zn toprak ekstraksiyon yöntemlerinin ekstrakte edilebilen Zn değerlerinin ekstraksiyon çözeltisi pH değeri düşüşüne paralel olarak arttığı görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.92.). pH değerleri 7,30 ve 7,60 olan Zn_{DTPA} ve Zn_{ABDTPA} yöntemleri ile ekstrakte edilebilen yarayışlı Zn değerlerinin dolayısıyla söz konusu toprak ekstraksiyon yöntemlerinin topraktan Zn ekstraksiyon yeteneğinin her iki yöntemde kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin yüksek pH değerine bağlı olarak diğer yöntemlere kıyasla daha düşük olduğu belirlenmiştir. Elde edilen yarayışlı Zn değerlerinden yola çıkıldığında, çalışmada kullanılan toprak örneklerinden farklı ekstraksiyon yöntemleri ile ekstrakte edilebilen Zn değerlerinin kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin pH seviyesinden doğrudan etkilenmekte olduğu, toprakların yarayışlı Zn ekstraksiyon kabiliyetleri üzerinde çözeltide kullanılan kimyasal çözeltinin kimyasal bileşenleri yerine pH değerinin daha belirleyici bir faktör olarak ortaya çıktığı düşünülmektedir. Bu çerçevede Zn_{DTPA} ve Zn_{ABDTPA} toprak ekstraksiyon yöntemlerinin örneklerden Zn ekstraksiyon kabiliyetleri aynı, Zn_{AAE10} , Zn_{Meh3} ve Zn_{HCl} toprak ekstraksiyon yöntemlerinin örneklerden Zn ekstraksiyon kabiliyetleri de kendi arasında aynı ancak her iki grup arasında farklı olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.92. ve Çizelge 4.94.). Çalışmada elde edilen veriler doğrultusunda; araştırmada uygulanan farklı ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan yarayışlı Zn içeriklerinin ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan ekstraksiyon çözeltisi kimyasal bileşimi, özellikleri ve uygulama şekillerine kısmen bağlı olduğu, en büyük etkinin ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerlerinden kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir. Zn_{HCl} toprak ekstraksiyon yönteminin karbonat içeren toprak

³⁹ Zn_{DTPA} ; Zn_{ABDTPA} = 1/2 (w:v), Zn_{AAE10} ; Zn_{Meh3} ; Zn_{HCl} = 1/10 (w:v)

örneklerinde uygulanması sırasında karbonatların bozunması dolayısıyla okule halde bulunan Zn'nun ekstraksiyon çözeltisine geçtiği bu nedenle de Zn_{HCl} toprak ekstraksiyon yöntemi ile bulunan yarayışlı Zn değerlerinin diğer yöntemlere kıyasla yüksek olduğu düşünülmektedir (Trieweiler and Lindsay, 1969; Lauer, 1971; Sparks et al., 1996). Ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerindeki düşüşe bağlı olarak artan ekstrakte edilebilir Zn değerlerinin toprak örneklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin de rol oynadığı bu etkileşim sırasında, toprak örneklerinde bulunan Zn rezervleri ile ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerinin başat rol alması nedeniyle farklı düzeylerde etkileşim içerisine girmek suretiyle etken olduğu düşünülmektedir. Dolayısıyla uygulanan yarayışlı Zn ekstraksiyon yöntemlerinin toprakta bulunan serbest, değişebilir, değişebilir olmayan ve bileşenlerin yapısında bulunan Zn elementi içeriklerini ekstrakte etme kabiliyeti bakımından ekstraksiyonda örneklerle uygulanan ekstraksiyon çözeltileri pH değeri ekseninde farklı düzey, oran ve miktarlarda Zn'nun ekstraksiyonuna neden oldukları belirlenmiştir.

Araştırmada farklı yarayışlı Zn ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Zn miktarları arasındaki ilişkilerin Cancela et al. (2002), Chatzistathis et al. (2014), Eysinge et al. (1978), Garcia et al. (1997), Gartley et al. (2002), Gupta and Mittal (1981), Ponnampuruma et al. (1981), Pradhan et al. (2015), Rodriguez-Suarez et al. (2008), Sarto et al. (2011), Schmisek et al. (1998), Sedberry et al. (1979), Selvarajah et al. (1982), Sobral et al. (2013), Vocasek and Friedericks (1994) ve Wang et al. (2004) tarafından elde edilen sonuçlar ile paralellik içerisinde olduğu, çalışmada kullanılan toprakların yarayışlı Zn içeriklerinin ise Yağmur ve Okur (2018), Aydın vd. (2005) ve Kuştutan vd. (2017) tarafından belirlenen değerler ile benzerlik içerisinde olduğu belirlenmiştir.

4.2.1.9. Yarayışlı Mangan (Mn):

Toprak örneklerinin yarayışlı Mn içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.98. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

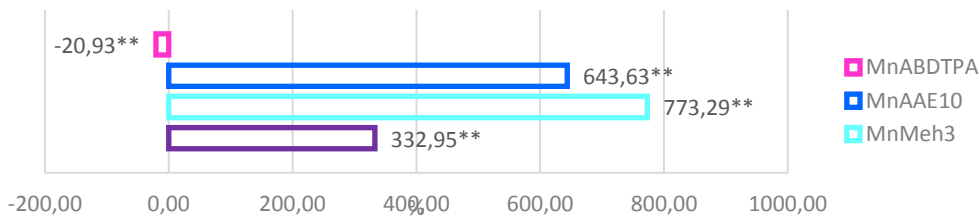
Çizelge 4.98. Yarayışlı Mn sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
Mn _{DTPA}	2,40	32,24	11,23	5,20
Mn _{ABDTPA}	1,49	24,18	8,88	5,05
Mn _{AAE10}	30,03	169,90	83,51	35,42
Mn _{Meh3}	26,26	223,93	98,07	43,58
Mn _{HCl}	4,28	123,00	48,62	26,85

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanılarak bulunan yarayışlı Mn değerlerinin; Mn_{DTPA} yöntemiyle 2,40-32,24 mg/kg, Mn_{ABDTPA} yöntemiyle 1,49-24,18 mg/kg, Mn_{AAE10} yöntemiyle 30,03-169,90 mg/kg, Mn_{Meh3} yöntemiyle 26,26-223,93 mg/kg ve Mn_{HCl} yöntemiyle ise 4,28-123,00 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı Mn sonuçlarına göre yöntemler; Mn_{ABDTPA} < Mn_{DTPA} < Mn_{HCl} < Mn_{AAE10} < Mn_{Meh3} şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı Mn sonuçlarına göre en düşük yarayışlı Mn miktarları Mn_{ABDTPA} yöntemiyle, en yüksek yarayışlı Mn miktarlarının ise Mn_{Meh3} yöntemiyle belirlendiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.98.).

Mn_{DTPA} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı Mn değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, Mn_{ABDTPA} ekstraksiyon yöntemiyle %13,11 oranında, Mn_{AAE10} ekstraksiyon yöntemiyle %129,51 oranında, Mn_{Meh3} ekstraksiyon yöntemiyle %173,77 oranında ve Mn_{HCl} ekstraksiyon yöntemiyle ise %219,67 oranında daha yüksek değerlerde yarayışlı Zn değerlerinin bulunduğu tespit edilmiştir (Grafik 4.17.).

Grafik 4.17. Mn_{DTPA} değerlerine göre %Δ Mn



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı Mn ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan Mn değerleri arasındaki en yüksek ilişki Mn_{DTPA} X Mn_{ABDTPA} yöntemleri arasında en düşük ilişki ise Mn_{DTPA} X Mn_{HCl} yöntemleri arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.99.).

Çizelge 4.99. Yarayışlı Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
Mn_{DTPA} X Mn_{ABDTPA}	$Mn_{DTPA} = 5,257 + 0,673 \cdot Mn_{ABDTPA}$	0,654**
Mn_{AAE10} X Mn_{Meh3}	$Mn_{AAE10} = 56,628 + 0,274 \cdot Mn_{Meh3}$	0,337**
Mn_{ABDTPA} X Mn_{Meh3}	$Mn_{ABDTPA} = 5,700 + 0,032 \cdot Mn_{Meh3}$	0,280*
Mn_{AAE10} X Mn_{HCl}	$Mn_{AAE10} = 66,841 + 0,343 \cdot Mn_{HCl}$	0,260*
Mn_{DTPA} X Mn_{Meh3}	$Mn_{DTPA} = 8,706 + 0,026 \cdot Mn_{Meh3}$	0,216 ^{öd}
Mn_{Meh3} X Mn_{HCl}	$Mn_{Meh3} = 86,775 + 0,232 \cdot Mn_{HCl}$	0,143 ^{öd}
Mn_{ABDTPA} X Mn_{AAE10}	$Mn_{ABDTPA} = 7,681 + 0,014 \cdot Mn_{AAE10}$	0,101 ^{öd}
Mn_{DTPA} X Mn_{AAE10}	$Mn_{DTPA} = 10,055 + 0,014 \cdot Mn_{AAE10}$	0,096 ^{öd}
Mn_{ABDTPA} X Mn_{HCl}	$Mn_{ABDTPA} = 9,747 - 0,018 \cdot Mn_{HCl}$	0,095 ^{öd}
Mn_{DTPA} X Mn_{HCl}	$Mn_{DTPA} = 11,879 - 0,013 \cdot Mn_{HCl}$	0,069 ^{öd}

Farklı Zn ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı Zn değerleri arasındaki farkların Mn_{AAE10} - Mn_{Meh3} yöntemleri arasında %95 seviyesinde anlamlı düzeyde olduğu diğer yöntemler arasında ise meydana gelen farkların tamamının %99 seviyesinde anlamlı düzeyde olduğu görülmektedir (Çizelge 4.100.).

Çizelge 4.100. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı Mn (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔMn (mg/kg)
$Mn_{DTPA} - Mn_{ABDTPA}$	4,549	0,000	2,35**
$Mn_{DTPA} - Mn_{AAE10}$	-16,882	0,000	-72,28**
$Mn_{DTPA} - Mn_{Meh3}$	-16,748	0,000	-86,84**
$Mn_{DTPA} - Mn_{HCl}$	-11,132	0,000	-37,39**
$Mn_{ABDTPA} - Mn_{AAE10}$	-17,447	0,000	-74,64**
$Mn_{ABDTPA} - Mn_{Meh3}$	-17,329	0,000	-89,19**
$Mn_{ABDTPA} - Mn_{HCl}$	-11,794	0,000	-39,74**
$Mn_{AAE10} - Mn_{Meh3}$	-2,611	0,011	-14,56*
$Mn_{AAE10} - Mn_{HCl}$	7,475	0,000	34,89**
$Mn_{Meh3} - Mn_{HCl}$	8,530	0,000	49,45**

Farklı yarayışlı Mn ekstraksiyon yöntemleri uygulanmak suretiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği Mn miktarının kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak kullanılan Mn_{ICP} ve Mn_{AAS} metotlarının uygulanması sonucunda bulunan yarayışlı Zn miktarları Çizelge 4.101.'de bir araya getirilerek sunulmuştur. DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak

ekstraksiyon çözeltilerinde Mn_{ICP} metodu kullanılarak 2,40-32,24 mg/kg, Mn_{AAS} metodu kullanılarak 2,41-32,20 mg/kg yarayırlı Mn, AB-DTPA toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mn_{ICP} metodu kullanılarak 1,49-24,18 mg/kg, Mn_{AAS} metodu kullanılarak 1,49-24,23 mg/kg yarayırlı Mn, AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mn_{ICP} metodu kullanılarak 30,03-169,90 mg/kg, Mn_{AAS} metodu kullanılarak 29,97-169,56 mg/kg yarayırlı Mn, Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mn_{ICP} metodu kullanılarak 26,26 mg/kg, Mn_{AAS} metodu kullanılarak 26,34-224,60 mg/kg yarayırlı Mn ve 0,1 N HCl toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise Mn_{ICP} metodu kullanılarak 4,28-123,00 mg/kg, Mn_{AAS} metodu kullanılarak 4,27-122,63 mg/kg yarayırlı Mn değerleri tespit edilmiştir (Çizelge 4.101. ve Ek Çizelge 1.).

Çizelge 4.101. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Mn Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
DTPA	Mn_{ICP}	2,40	32,24	11,23	5,20
	Mn_{AAS}	2,41	32,20	11,22	5,19
AB-DTPA	Mn_{ICP}	1,49	24,18	8,88	5,05
	Mn_{AAS}	1,49	24,23	8,90	5,06
AAE10	Mn_{ICP}	30,03	169,90	83,51	35,42
	Mn_{AAS}	29,97	169,56	83,35	35,35
Mehlich 3	Mn_{ICP}	26,26	223,93	98,07	43,58
	Mn_{AAS}	26,34	224,60	98,36	43,71
HCl	Mn_{ICP}	4,28	123,00	48,62	26,85
	Mn_{AAS}	4,27	122,63	48,48	26,77

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayırlı Mn ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde Mn_{ICP} ve Mn_{AAS} kantitatif analiz metotları ile bulunan Mn değerleri arasındaki en yüksek ilişki Mn_{DTPA} ve Mn_{AAE10} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda elde edilmiştir. En düşük ilişki ise Mn_{ABDTPA} , Mn_{Meh3} ve Mn_{HCl} ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde uygulanmaları durumunda meydana gelmiştir (Bkz. Çizelge 4.102.).

Çizelge 4.102. Farklı kantitatif yarayırlı Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$Zn_{DTPA} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,007 + 1,006 \cdot Zn_{AAS}$	0,999**
$Zn_{ABDTPA} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,011 + 1,008 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**
$Zn_{AAE10} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,009 + 1,011 \cdot Zn_{AAS}$	0,999**
$Zn_{Meh3} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,012 + 0,998 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**
$Zn_{HCl} / Zn_{ICP} \times Zn_{AAS}$	$Zn_{ICP} = 0,006 + 1,010 \cdot Zn_{AAS}$	0,998**

Farklı yarayırlı Mn ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif Mn belirleme metodu kullanılarak bulunan Mn değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.103.).

Çizelge 4.103. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı Mn (mg/kg)]

Yöntem / Metot *Metot	t değeri	p değeri	ΔMn (mg/kg)
$Mn_{DTPA} / Mn_{ICP} - Mn_{AAS}$	1,642	0,295	0,015 ^{öd}
$Mn_{ABDTPA} / Mn_{ICP} - Mn_{AAS}$	-1,587	0,366	-0,017 ^{öd}
$Mn_{AAE10} / Mn_{ICP} - Mn_{AAS}$	1,460	0,455	0,167 ^{öd}
$Mn_{Meh3} / Mn_{ICP} - Mn_{AAS}$	-1,602	0,687	-0,294 ^{öd}
$Mn_{HCl} / Mn_{ICP} - Mn_{AAS}$	1,439	0,247	0,145 ^{öd}

Çalışmada toprak örneklerinden yarayırlı Mn miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan toprak ekstraksiyon yöntemlerinin sonucunda bulunan yarayırlı Mn değerlerinin toprak ekstraksiyon çözeltisinin pH değeri ardından toprak/çözelti oranı ve ekstraksiyon çözeltisinin kimyasal bileşiminden etkilenmekte olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.98.). Fe ekstraksiyon yöntemlerinde olduğundan farklı olarak Mn_{AAE10} toprak ekstraksiyon yöntemiyle Mn_{Meh3} yönteminden daha az Mn'nin ekstrakte edildiği belirlenmiştir. Toprakların yarayırlı Mn içeriklerinin büyük bir bölümü spesifik olarak adsorbe formda ve karbonatlar içerisinde okule formda bulunmaktadır. Mn_{Meh3} toprak ekstraksiyon yönteminde kullanılan HNO_3 ve NH_4F 'nin spesifik olarak adsorbe olmuş Mn formlarını, kuvvetli bağlar mineral kafeslerine tutunmuş olan Mn iyonlarını ekstraksiyon çözeltisinin içeriği nedeniyle daha iyi ekstrakte edilebildiği düşünülmektedir. Buradaki en büyük etkinin ise F^- iyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir (Millivojevic et al. 2011). Elde edilen Mn değerlerinden çalışmada kullanılan alanlardaki toprak örneklerinin içerdiği Mn miktarının genel olarak spesifik adsorbsiyon, Mn-Oksit ve Mn-Hidroksitler ile birlikte karbonatların ile okule olmuş halde olduğu düşünülmektedir. Yarayırlı Fe Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılmasında açıklanan ve tartışılan sebeplere benzer nedenlerden ötürü bu

farklılıkların oluştuğu düşünülmektedir. Uygulanan farklı yarayışlı Mn ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan değerler arasındaki farkların da birbirinden istatistiki düzeyde önemli seviyelerde anlamlı olduğu izlenebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.100.). Ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerindeki düşüşe bağlı olarak artan ekstrakte edilebilir Mn değerlerinin toprak örneklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin de rol oynadığı bu etkileşim sırasında, toprak örneklerinde bulunan Mn rezervleri ile ekstraksiyon çözeltilerinin pH değerinin yanında ekstraksiyon çözeltilerinin içerdiği kimyasal bileşiklerin ağırlıklı olarak etkin rol alması⁴⁰ sonucunda toprak örnekleri içerisinde bulunan Mn rezervleriyle farklı düzeylerde etkileşim içerisine girmek suretiyle etkili oldukları ve temelde bu sebeplerden dolayı farklı yarayışlı Mn değerlerinin elde edildiği düşünülmektedir. Dolayısıyla uygulanan yarayışlı Mn ekstraksiyon yöntemlerinin toprakta bulunan serbest, değişebilir, değişebilir olmayan ve bileşenlerin yapısında bulunan, spesifik ve spesifik olmayan şekilde adsorbe edilmiş ayrıca oksit ve karbonatlar tarafından okule olmuş durumda bulunan rezervlerden Mn elementini ekstrakte etme kuvveti bakımından farklı düzey, miktar ve şekillerde etkili olmak suretiyle farklı miktarlarda Mn'nin ekstraksiyonuna neden oldukları tespit edilmiştir.

Çalışmada farklı ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda belirlenmiş olan yarayışlı Mn miktarları arasındaki ilişkilerin ve elde edilen bulguların Cancela et al. (2002), Chatzistathis et al. (2014), Garcia et al. (1997), Gartley et al. (2002), Sarto et al. (2011), Schmisek et al. (1998), Sobral et al. (2013), Vocasek and Friedericks (1994) ve Wang et al. (2004) tarafından elde edilen sonuçlar ile benzerlik içerisinde olduğu, araştırmada toprak örneklerinin içerdiği yarayışlı Mn değerlerinin ise Yağmur ve Okur (2018), Aydın vd. (2005) ve Kuştutan vd. (2017) tarafından belirlenmiş olan değerler ile paralellik içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

⁴⁰ NH₄F ve HNO₃

4.2.2. Toprakta Yarayışlı Element Analiz Maliyetlerinin Karşılaştırılması (Yöntem-Metot):

Çalışmada toprak örneklerinin yarayışlı P, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 13 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi seçilmiş ve toplam 9 farklı yarayışlı bitki besin elementi belirlemeleri gerçekleştirilmiştir (Çizelge 4.104.).

Çizelge 4.104. Toprak ekstraksiyon çözeltileri ve belirlenebilen yarayışlı bitki besin elementleri

Ekstraksiyon Yöntemi	Ekstraksiyon Çözeltilisinde Belirlenen Bitki Besin Elementi									Element Adedi
	P	Na	K	Ca	Mg	Fe	Cu	Zn	Mn	
Bingham	+	-	-	-	-	-	-	-	-	1
Olsen	+	-	-	-	-	-	-	-	-	1
1 N NH ₄ OAc	-	+	+	+	+	-	-	-	-	4
AB-DTPA	+	+	+	-	-	+	+	+	+	7
Morgan	+	+	+	+	+	-	-	-	-	5
Mehlich 3	+	+	+	+	+	+	+	+	+	9
Çifte Laktat	+	-	+	-	-	-	-	-	-	2
Ca-Laktat	+	-	+	-	-	-	-	-	-	2
AAE10	+	+	+	+	+	+	+	+	+	9
DTPA	-	-	-	-	-	+	+	+	+	4
0,1 N HCl	-	-	-	-	-	+	+	+	+	4
KDK _{Ba-1}	-	+	+	+	+	-	-	-	-	4
KDK _{NH4-c}	-	+	+	+	+	-	-	-	-	4
Σ Yöntem Sayısı	8	7	9	6	6	5	5	5	5	

Toprak numuneleri içerisinde bulunan bitkiye yarayışlı bitki besin elementlerinin ekstraksiyonuna yönelik olarak uygulanan ve bu ekstraksiyon yöntemlerinden elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde söz konusu 9 bitki besin elementinin⁴¹ kantitatif olarak belirlenmesine yönelik 3 farklı kantitatif belirleme yöntemi seçilmiş ve uygulanmıştır. Ekstraksiyon yöntemi olarak Bingham, Olsen, 1 N NH₄OAc, AB-DTPA, Morgan, Mehlich 3, Çifte Laktat, Ca-Laktat, AAE10, DTPA, sulu hidroklorik asit çözeltilisi (0,1 N HCl), KDK_{Ba-1} ve KDK_{NH4-c} seçilmiş ve kullanılmıştır. Elde edilen ekstraksiyon çözeltilerinde kantitatif element belirlemeleri alev fotometresi (X_{Alev}), atomik absorpsiyon spektrometresi (X_{AAS}), indüktif olarak eşleşmiş plazma-optik emisyon

⁴¹ P, Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn

spektrometresi (X_{ICP}) ve spektrofotometrenin kullanıldığı metotlar kullanılmıştır⁴² (Bkz. Çizelge 4. 105.). Bingham ve Olsen toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde yalnızca yarıyıslı P belirlemeleri gerçekleştirilmiştir. Diğer toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde birden fazla yarıyıslı bitki besin elementi ekstraksiyonu gerçekleştirilebildiğinden bu toprak ekstraksiyon yöntemleri çoklu yarıyıslı element ekstraksiyon yöntemleri grubu içerisinde yer almışlar ve söz konusu ekstraksiyon çözeltilerinde birden çok yarıyıslı bitki besin elementi analizi gerçekleştirilmiştir (Bkz. Çizelge 4.104.).

Çizelge 4.105. Yarıyıslı bitki besin elementlerinin kantitatif yolla belirlenmesinde kullanılan metotlar

Element	Kantitatif Belirleme Metodu			
	X_{Alev}	X_{AAS}	X_{ICP}	X_{Spek}
Na	+	-	+	-
K	+	-	+	-
Ca	+	-	+	-
Mg	-	+	+	-
Fe	-	+	+	-
Cu	-	+	+	-
Zn	-	+	+	-
Mn	-	+	+	-
P	-	-	+	+
Σ Element Sayısı	3	5	9	1

Çalışmada toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde 4 farklı enstrümantal analiz metodu kullanarak belirlemeler yapılmıştır. X_{Alev} ve X_{AAS} metotlarında ekstraksiyon çözeltilerinde analit belirlemeleri sırasında kullanılan cihazın okuma değerinin sabitlenebilmesi ve numuneden numuneye geçiş sırasında sinyalin düşmesi beklendiğinden örnek başına ortalama cihaz okuma süresi bakımından fazladan zamana ihtiyaç duyulmaktadır. Dolayısıyla X_{Alev} ve X_{AAS} enstrümanları ile örnek okumaları sırasında uygulayıcının diğer metotlara kıyasla daha fazla zaman harcamasına neden olmaktadır (Bkz. Çizelge 4.106.). Alev fotometreleri propan+bütan gazı karışımı ve Ca elementi belirlemelerinde ise asetilen gazı

⁴² X_{Af} , X_{AAS} , X_{ICP} ve X_{Spek} olarak simgelenen kantitatif belirleme metodu tanımlamalarında X ile element (Na, K, Ca vb.), alt bölümdeki kısaltmalar ise elementlerin nicel belirlenmesi için kullanılan kantitatif analiz cihazını tanımlamaktadır.

kullanarak çalışmaktadırlar. AAS sistemleri ise asetilen gazı kullanılarak çalıştırılmaktadır. Alev fotometresi ortalama 3 lt/dk propan+bütan gaz karışımı veya 1 lt/dk asetilen kullanılarak çalıştırılmaktadır. Alev fotometre sistemleri ile propan+bütan gazı karışımı kullanılarak gerçekleştirilen element belirlemeleri ile asetilen gazı kullanılarak gerçekleştirilen element belirlemeleri arasında maliyet bakımından fark bulunmaktadır⁴³. AAS sistemleri ise ortalama 2,5 lt/dk asetilen gazı kullanılarak çalıştırılmaktadır. Asetilen gazı ortalama birim maliyeti daha yüksek olduğundan AAS sistemleri kullanılarak belirlenen element analizlerinde KMM miktarı X_{Alev} metoduna kıyasla daha fazla olmaktadır. X_{ICP} metodunda aynı ekstraksiyon çözeltisi içerisinde belirlenen analit sayısı arttıkça birim analit belirleme maliyeti düşmektedir. Bu sistemin aynı analitik belirleme metodu içerisinde element başına ortalama 2 sn harcamasından kaynaklanmaktadır (Çizelge 4.106.).

AM miktarı bakımından ortalama yatırım maliyeti en düşük olan X_{Alev} metodu X_{Spek} metoduna göre 0,01 TL/10 örnek fazla bulunmuştur. Bu miktar üzerinde X_{Alev} metodunda meydana gelen AaS miktarındaki fazlalık etkili olmuştur. X_{Spek} metodunda cihaz okuması sırasında ortalama 5 dk/ 10 örnek süre harcanırken X_{Alev} metodunda bu süre miktarı ortalama 15 dk/ 10 örnek seviyesinde gerçekleşmektedir. Bu durum direkt olarak cihaz kullanım süresi ile ilişkili olduğundan iki metot arasındaki AM miktarı farkının meydana gelmesine üzerinde etkili olmaktadır. Aynı durum EM miktarı içinde geçerli olup sistemlerin kullanım süreleri ile ilintili bulunmaktadır (Çizelge 4.106.).

Çizelge 4.106. Enstrümantal analiz metotların maliyetleri (TL / 10 örnek)

Kantitatif Element Belirleme Metodu	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM _{EAM} (TL)
X_{Alev} (1 element)	15	7,70	0,15	0,02	0,01	7,88
X_{AAS} (1 element)	15	7,70	0,38	0,07	0,01	8,16
X_{ICP} (1-3 element)	5	2,57	5,40	0,54	1,14	9,65
X_{Spek} (1 element)	5	2,57	12,60	0,01	0,01	15,19
X_{ICP} (4-6 element)	5	2,57	10,80	1,08	2,28	16,73
X_{ICP} (7-9 element)	5	2,57	16,20	1,62	3,42	23,81

X_{ICP} metodu AaS miktarı bakımından X_{Spek} metoduyla birlikte en az zaman kullanılarak gerçekleştirilen kantitatif metot enstrümanları olmuşlardır. Bu durum doğrudan söz konusu metotların İM miktarları üzerinde etkili olmuş ve diğer metotlara nazaran bu metotlara avantaj sağlamıştır. X_{Spek} metodunun KMM miktarı

⁴³ 0,01 TL/ 1 lt propan+bütan gaz karışımı, 0,03 TL/ 1 lt asetilen gazı, kullanım oranları asetilen / propan+bütan = 1/3.

bakımından en maliyetli metot olması üzerinde söz konusu metodun kullanılması sırasında toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan yarıyışlı P miktarının nicel olarak belirlenmesinde renklendirme metodu olarak kullanılan molibdofosforik asit mavi renk yönteminde kullanılan kimyasal maddelerden kaynaklanmaktadır. Çalışmada toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan yarıyışlı bitki besin elementlerinin belirlenmesine yönelik olarak kullanılan enstrümantal analiz metotları genel olarak değerlendirildiğinde; en ekonomik metodun X_{Alev} metodu olduğu bunu X_{AAS} metodunun izlediği X_{ICP} metodunun ardından en maliyetli metodun ise X_{Spek} metodu olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.106.). Söz konusu ortalama cihaz yatırım maliyetleri bakımından sıralandığında ise bu durum; $X_{Spek} < X_{Alev} < X_{AAS} < X_{ICP}$ olarak meydana gelmekte ve bu durumda X_{AAS} ve X_{ICP} metotları en dezavantajlı metotlar olarak karşımıza çıkmaktadır. Toprak ekstraksiyon çözeltilerinin içerisinde belirlenmek istenen element sayısının artışı ile birlikte tek element belirlemelerinde en maliyetli metot durumunda bulunan X_{ICP} kantitatif element belirleme metodunun 15,19 TL'lik TAM miktarı ile en maliyetli metot olarak karşımıza çıktığı görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.106.). Toprak ekstraksiyon çözeltilerinde yarıyışlı 4 elementin⁴⁴ kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak X_{Alev} ve X_{AAS} metotları kullanıldığında X_{Alev} metodunun 31,52 TL ortalama toplam analiz maliyeti ve X_{AAS} metodunun 32,64 TL'lik ortalama toplam analiz maliyeti miktarı ile her iki nicel element belirleme metodunun X_{ICP} metodundan çok daha maliyetli oldukları tespit edilmiştir. Çoklu yarıyışlı element ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde 8 adet yarıyışlı bitki besin elementi nicel olarak belirlendiğinde bunun yalnızca X_{Alev} metodunun kullanılması ile mümkün olmadığı X_{Alev} ve X_{AAS} yönteminin birlikte kullanılması durumunda gerçekleştirilebildiği ve ortalama toplam analiz maliyeti 64,16 TL⁴⁵ olmaktadır. X_{ICP} kantitatif element belirleme metodu ile çoklu ekstraksiyon çözeltilerinden elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde tek bir cihaz dolayısı ile X_{ICP} metodunun kullanılması ile gerçekleştirilebileceği ve bunun ortalama toplam analiz maliyetinin 23,81 TL gibi nispeten diğer X_{AAS} yöntemiyle ($8,16 \times 8 = 65,28$ TL) ve $X_{Alev} + X_{AAS}$ ²⁶ kombinasyonu ile gerçekleştirilmesi durumundan çok daha düşük bir maliyet oranı ile uygulanabildiği belirlenmiştir.

Araştırmada toprak örnekleri üzerinde uygulanan toprak ekstraksiyon yöntemlerinin TAM miktarları üzerinde en etkili olan faktörlerden biri toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasında kullanılan ekstraksiyon çözeltilerinin

⁴⁴ Na, K, Ca ve Mg

⁴⁵ Çizelge 4.102.'de bulunan değerler kullanılarak hesaplanmıştır
 $((7,88 \times 4 = 31,52) + (8,16 \times 8 = 65,28)) = 64,16$ TL/10 örnek.

kimyasal içeriklerinin dolayısıyla da ortalama maliyetlerinin etkili olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.107.). İM miktarının da TAM miktarının meydana gelişinde etkili olduğu özellikle KDK_{Ba-1} yönteminde bunun kayda değer bir etkiye yol açtığı belirlenmiştir. AaS miktarları özellikle tek aşamalı ekstraksiyon işlemlerinin gerçekleştirilmesi ile uygulanan toprak ekstraksiyon yöntemlerinde ortalama olarak aynı süre miktarlarında gerçekleştirilmekte olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.103.). Bu durum doğrudan İM miktarı üzerinde etkili olmakta ve sonucunda söz konusu yöntemlerin İM miktarlarının da birbirine eşit olarak oluşmasına neden olmaktadır. Toprak ekstraksiyon yöntemleri TAM maliyetleri bakımından incelendiğinde en ekonomik yöntemin 0,1 N HCl ekstraksiyon yöntemi olduğu, en maliyetli yöntemin ise KDK_{Ba-1} yöntemi olduğu görülmektedir (Çizelge 4.107.).

Çizelge 4.107. 13 farklı toprak ekstraksiyon yönteminin maliyetleri (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAMEksY (TL)	Sıra No.
0,1 N HCl	25	12,83	0,04	0,07	0,11	13,05	1
Ca-Laktat	25	12,83	0,23	0,21	0,15	13,42	2
Mehlich 3	25	12,83	1,08	0,01	0,01	13,93	3
Bingham	27	13,85	0,00	0,07	0,11	14,03	4
AB-DTPA	25	12,83	1,34	0,04	0,02	14,23	5
DTPA	25	12,83	1,03	0,30	0,18	14,34	6
Morgan	25	12,83	2,12	0,04	0,03	15,02	7
Olsen	25	12,83	3,25	0,07	0,05	16,20	8
1 N NH ₄ OAc	25	12,83	4,24	0,07	0,05	17,19	9
KDK _{NH4-c}	25	12,83	4,24	0,07	0,05	17,19	10
AAE10	25	12,83	6,65	0,15	0,09	19,72	11
Çifte Laktat	25	12,83	9,00	0,21	0,15	22,19	12
KDK _{Ba-1}	66	33,86	21,24	0,41	0,45	55,96	13

Çizelge 4.104.'de çalışmada kullanılan ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde aynı anda belirlenebilecek yarıyışlı bitki besin elementlerinin türü ve sayısı verilmektedir. Burada sunulan verilerin Çizelge 4.107.'de görülebilen farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerinin TAM miktarlarından yararlanılarak çalışmada kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemlerine ait TAM verileri yeniden değerlendirildiğinde; yöntemlerin TAM maliyetleri bakımından sıralamalarının değişiklik gösterdiği görülebilmektedir. Çoklu yarıyışlı element ekstraksiyon yöntemlerinin avantajlı hale geldiği tespit edilmiştir. Mehlich 3, AB-DTPA ve AAE10 yöntemlerinin öne çıkmakta olduğu belirlenmiştir. Toprak ekstraksiyon yöntemlerine ait TAM miktarları aynı toprak ekstraksiyon çözeltisi içerisinde belirlenebilen analit sayısı göz önünde bulundurularak irdelendiğinde; en ekonomik yöntemin Mehlich 3

yöntemi olduğu, en maliyetli yöntemin ise Çifte Laktat yöntemi olduğu görülmektedir (Çizelge 4.108.).

Çizelge 4.108. Analit sayısına göre 13 farklı toprak ekstraksiyon yönteminin maliyetleri (10 örnek)

	Element Adedi	TAM_{EksY} (TL)	TAM_{EksY} / Element Sayısı (TL)	Sıra No. Eski / Yeni⁴⁶
Mehlich 3	9	13,93	1,55	3 → 1
AB-DTPA	7+1 ⁴⁷ =8	14,23	1,78	5 → 2
AAE10	9	19,72	2,19	11 → 3
Morgan	5	15,02	3,00	7 → 4
0,1 N HCl	4	13,05	3,26	1 → 5
DTPA	4	14,34	3,59	6 → 6
1 N NH ₄ OAc	4	17,19	4,30	9 → 7
KDK _{NH4-c}	4	17,19	4,30	10 → 8
Ca-Laktat	2	13,42	6,71	2 → 9
KDK _{Ba-1}	4	33,86	8,47	13 → 10
Bingham	1	14,03	14,03	4 → 11
Olsen	1	16,20	16,20	8 → 12
Çifte Laktat	2	22,19	11,10	12 → 13

Çalışmada toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyonu çözeltilerinde analitlerin kantitatif yolla belirlenmesi için kullanılan analitik metotların uygulanması sırasında meydana gelen TAM miktarları Çizelge 4.106.'de sunulmuştur. Tekli veya çoklu toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ekstrakte edilebilen bitki besin elementlerinin tamamının belirlenmesi istendiğinde belirlenmek istenen yarayışlı bitki besin elementinin kantitatif olarak miktarının belirlenmesi amacıyla seçilebilecek enstrümantal nicel analiz metotlarının kombinasyonları Çizelge 4.105.'de oluşturulmuştur. Kombinasyonların oluşturulması sırasında ülkemizde ve dünyada genellikle toprak verimliliğinin durumunun tespitine yönelik olarak çoklu ekstraksiyon yöntemlerinin kullanılmakta olduğu bilinmektedir. Ülkemizde özellikle yarayışlı Na, K, Ca ve Mg belirlemeleri amacıyla 1 N NH₄OAc (pH=7,00) yöntemi, yarayışlı Fe, Cu, Zn ve Mn belirlemeleri için ise DTPA yöntemleri kullanılmaktadır. Yarayışlı P belirlemeleri için ise bölgeden bölgeye değişmekle birlikte ağırlıklı olarak Bingham ve Olsen yöntemlerinin ekstraksiyonların gerçekleştirilmesi amacıyla kullanımının tercih edilmekte olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.105.'de oluşturulan yarayışlı element ve nicel belirleme metodu eşleşmelerinin bu gerçekler çerçevesinde oluşturulmaya çalışıldığı görülmektedir.

⁴⁶ Çizelge 4.103.'de yöntemlerin TAM miktarlarına göre meydana gelen maliyet sıralaması ile element sayısı göz önünde bulundurulduğunda meydana gelen yeni maliyet sıralaması.

⁴⁷ NO₃-N miktarı da aynı ekstraksiyon çözeltisi içerisinde belirlenebilmektedir.

Çizelge 4.109. Analit / Kantitatif enstrümantal analiz metot kombinasyonları

Kantitatif Olarak Belirlenecek Element/ler	Kullanılabilecek Enstrümantal Analiz Metotları
Na-K-Ca	$X_{Alev} - X_{AAS} - X_{ICP}^{48}$
P	$X_{Spek} - X_{ICP}$
Mg	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Fe-Cu-Zn-Mn	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Na+K+Ca+Mg	$X_{Alev} - X_{AAS}$
	X_{AAS}
	X_{ICP}
Fe+Cu+Zn+Mn	X_{AAS}
	X_{ICP}
Na+K+Ca+Mg+Fe+Cu+Zn+Mn+P	X_{ICP}

Çizelge 4.105.'de oluşturulan eşleşmeler çerçevesinde her bir nicel enstrümantal analiz metodu ile ekstraksiyon çözeltilerinde ekstrakte edilebilen tüm yarayışlı elementler belirlendiğinde kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemi ve seçilen nicel enstrümantal analiz metoduna göre meydana gelen TAM miktarları Çizelge 4.110.'da verilmiştir. Yarayışlı P miktarının belirlenmesinde kullanılabilecek yöntem/metot eşleşmeleri arasında en ekonomik uygulamanın Olsen+ P_{ICP} olduğu, Yarayışlı P ve K miktarlarının belirlenmesinde kullanılabilecek yöntem/metot eşleşmeleri arasında en ekonomik uygulamanın Ca-Laktat+K- P_{ICP} olduğu, yarayışlı Na, K, Ca ve Mg miktarlarının belirlenmesinde kullanılabilecek yöntem/metot eşleşmeleri arasında en ekonomik uygulamanın 1 N NH_4OAc +Na-K-Ca-Mg $_{ICP}$ olduğu, yarayışlı Fe, Cu, Zn ve Mn miktarlarının belirlenmesinde kullanılabilecek yöntem/metot eşleşmeleri arasında en ekonomik uygulamanın 0,1 N HCl +Fe-Cu-Zn-Mn $_{ICP}$ olduğu, yarayışlı Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn miktarlarının belirlenmesinde kullanılabilecek yöntem/metot eşleşmeleri arasında en ekonomik uygulamanın Mehlich 3+Na-K-Ca-Mg-Fe-Cu-Zn-Mn $_{ICP}$ olduğu görülebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.110.). Yöntem metot eşleşmelerinin tamamında ICP-OES sistemi ile gerçekleştirilen nicel element belirleme uygulamasının diğer metot eşleşmelerine kıyasla daha ekonomik bir tercih olduğu belirlenmiştir.

⁴⁸ İlgili satırda uygulayıcının seçimi veya çalışmanın yapıldığı laboratuvar alt yapısına bağlı olarak söz konusu elementin nicel olarak belirlenmesi için kullanılır durumda olan enstrümantal kantitatif element belirleme metotlarından herhangi biri seçilebilmektedir.

Çizelge 4.110. Ekstraksiyon yöntemi / Enstrümantal analiz metodu Σ TAM miktarları (10 örnek)

Eks. Yöntemi	Element Adedi	TAM _{EksY} ⁴⁹ (TL)	TAM _{EAM} (TL) ⁵⁰	Σ TAM (TL)
Mehlich 3	9	13,93	Na-K-Ca _{Alev} = 23,64	93,56
			Mg-Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 40,80	
			P _{Spek} = 15,19	94,40
			Na-K-Ca-Mg-Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 65,28	
AB-DTPA	7	14,23	P _{Spek} = 15,19	77,82
			Na-P-K-Ca-Mg-Fe-Cu-Zn-Mn _{ICP} = 23,81	
			Na-K-A _{Alev} = 15,76	94,70
			Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 32,64	
AAE10	9	19,72	P _{Spek} = 15,19	99,35
			Na-K-Ca-Mg-Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 65,28	
			P _{Spek} = 15,19	100,19
			Na-P-K-Ca-Mg-Fe-Cu-Zn-Mn _{ICP} = 23,81	
0,1 N HCl	4	13,05	Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 32,64	45,69
			Fe-Cu-Zn-Mn _{ICP} = 16,73	29,78
DTPA	4	14,34	Fe-Cu-Zn-Mn _{AAS} = 32,64	46,98
			Fe-Cu-Zn-Mn _{ICP} = 16,73	31,07
Morgan	4	15,02	Na-K-Ca _{Alev} = 23,64	62,01
			Mg _{AAS} = 8,16	
			P _{Spek} = 15,19	62,85
			Na-K-Ca-Mg _{AAS} = 32,64	
1 N NH ₄ OAc - KDK _{NH4-c}	4	17,19	P _{Spek} = 15,19	31,75
			Na-K-Ca-Mg-P _{ICP} = 16,73	
			Na-K-Ca _{Alev} = 23,64	40,83
			Na-K-Ca-Mg _{AAS} = 32,64	
Ca-Laktat	2	13,42	Na-K-Ca-Mg _{ICP} = 16,73	33,92
			K _{Alev} = 7,88	36,49
			P _{Spek} = 15,19	
			K _{AAS} = 8,16	36,77
KDK _{Ba-1}	4	55,96	P _{Spek} = 15,19	
			K-P _{ICP} = 9,65	
			Na-K-Ca _{Alev} = 23,64	79,60
			Na-K-Ca-Mg _{AAS} = 32,64	
Bingham	1	14,03	Na-K-Ca-Mg _{ICP} = 16,73	88,60
			P _{Spek} = 15,19	72,69
Olsen	1	16,20	P _{ICP} = 9,65	29,22
			P _{Spek} = 15,19	23,68
Çifte Laktat	2	22,19	P _{ICP} = 9,65	31,39
			K _{Alev} = 7,88	25,85
			P _{Spek} = 15,19	
			K _{AAS} = 8,16	45,26
P _{Spek} = 15,19	45,54			
K-P _{ICP} = 9,65		31,84		

Çoklu yarayırlı bitki besin elementi ekstraksiyon yöntemlerinin TAM miktarları karşılaştırıldığında; seçilen ve kullanılan toprak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltisinde kaç adet yarayırlı bitki besin

⁴⁹ Çizelge 4.103.'de bulunan toprak ekstraksiyon yöntemlerine ait TAM miktarları.

⁵⁰ Çizelge 4.102.'de bulunan enstrümantal analiz metotlarına ait TAM miktarları.

elementinin kantitatif olarak belirlenip raporlanmak istediği önem kazanmaktadır. Normal koşullar altında bakıldığında P ve K⁵¹ sonucunun belirlenmesi pratik olarak bir gübreleme programının oluşturulmasında azami ihtiyacı görmesi bakımından yeterli olmaktadır. Ancak etkili, en az girdi masrafıyla ne fazla verimin hedeflendiği durumlarda P, Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn sonuçlarının da elde bulundurması etkin bir gübreleme ve bitki besleme programının oluşturulmasına ve verim üzerinde olumsuz etkileri olabilecek faktörlerin daha iyi bir şekilde belirlenebilmesine katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Ayrıca araştırma ve geliştirme çalışmaları yanında bilimsel deneme ve araştırmalarda toprakta bulunan yaygın P, Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn değerlerinin belirleniyor olması çoklu ekstraksiyon yöntemlerinin kullanılabilirliğini arttırmaktadır. Bu çerçeveden bakıldığında; en fazla adette yaygın bitki besin elementinin belirlenebilmesi yönüyle hedeflenen toprak analizinin çoklu toprak ekstraksiyon yöntemi ve toprak ekstraksiyon çözeltilerinde gerçekleştirilecek kantitatif belirlemelerin maliyet karşılaştırılmaları oluşturulan kombinasyonlar ışığında değerlendirilmelidir (Bkz. Çizelge 4.106.). Mehlich 3 toprak ekstraksiyon yöntemi ile X_{ICP} nicel element belirleme metodunun birlikte kullanıldığı kombinasyonun ortalama toplam analiz maliyeti bakımından 37,74 TL'lik TAM miktarı ile en ekonomik yöntem+metot uygulaması olduğu, bunu 43,53 TL'lik TAM miktarı ile AAE10 toprak ekstraksiyon yöntemi ile X_{ICP} nicel element belirleme metodunun birlikte kullanıldığı kombinasyonun izlediği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.110.). Toprak ekstraksiyon yöntemi ve nicel element belirleme eşleşmeleri incelendiğinde; tüm eşleşmelerde geçerli olacak şekilde toprak ekstraksiyon yöntemi ile X_{ICP} metodu eşleşmelerinin her zaman en ekonomik kombinasyon olduğu belirlenmiştir. En maliyetli toprak ekstraksiyon yöntemi ve kantitatif element belirleme kombinasyonunun iki toprak ekstraksiyon yöntemi ile X_{AAS} yönteminin beraber kullanıldığı 1 N NH₄OAc + DTPA + X_{AAS} uygulamasında 96,81 TL/ 10 örnek TAM miktarı meydana geldiği görülmektedir. Genel olarak incelendiğinde; eşleşmeler arasında en maliyetli yöntem+metot eşleşmelerinin toprak ekstraksiyon yöntemi ve X_{AAS} yönteminin birlikte uygulandığı eşleşmelerde olduğu görülmektedir. Ayrıca en fazla sayıda yaygın bitki besin elementi belirlemeye dönük olarak kullanılabilecek alternatifler içerisinde tek bir toprak ekstraksiyon çözeltisi ile gerçekleştirilen toprak ekstraksiyon yöntemlerinin diğer toprak ekstraksiyon yöntemlerine göre daha ekonomik olduğu belirlenmiştir. Bu çerçevede elde edilen sonuçlar doğrultusunda ağırlıklı olarak en fazla yaygın elementin ekstrakte edilebileceği ve elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltisinde kantitatif

⁵¹ Rutin uygulamada N belirlemesi ile birlikte (N,P,K) bir gübreleme programı hazırlanması ağırlıklı olarak görülmekte olan bir uygulamadır.

belirlemelerin X_{ICP} metodu ile yapıldığı kombinasyonların TAM miktarları yönünden en ekonomik düzeyde bulunduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.110.).

4.2.3. Yarayışlı Bor (B) ve Kükürt (S) Analizleri:

4.2.3.1. Yarayışlı Bor (B):

Toprak örneklerinin içerdiği B miktarının belirlenmesine yönelik olarak sıcak su ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve elde edilen bulgular Çizelge 4.111. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.111. Yarayışlı B sonuçları (mg/kg)

Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
B _{SSEks}	0,43	7,48	2,19	1,45

Sıcak su ekstraksiyon yöntemi uygulanarak elde edilen toprak ekstraksiyonu çözeltilerinde 0,43-7,48 mg/kg arasında değişen miktarlarda yarayışlı B belirlenmiştir (Çizelge 4.111).

Sıcak su ekstraksiyon yöntemi uygulanarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde 5 farklı kantitatif B belirleme metodu kullanılarak yarayışlı B analizleri gerçekleştirilmiştir. B_{ICP} metodu kullanılarak 0,43-7,48 mg/kg, B_{AH} metodu kullanılarak 0,45-7,82 mg/kg, B_K metodu kullanılarak 0,44-7,65 mg/kg, B_D metodu kullanılarak 0,45-7,73 mg/kg ve B_Q metodu kullanılarak ise 0,46-7,77 mg/kg yarayışlı B miktarları belirlenmiştir (Çizelge 4.112. ve Ek Çizelge 1.).

Çizelge 4.112. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif B Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
B _{SSEks}	B _{ICP}	0,43	7,48	2,19	1,45
	B _{AH}	0,45	7,82	2,29	1,51
	B _K	0,44	7,65	2,24	1,48
	B _D	0,45	7,73	2,27	1,50
	B _Q	0,46	7,77	2,28	1,51

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. B_{SSEks} yönteminin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde B_{ICP}, B_{AH},

B_K , B_D ve B_Q kantitatif analiz metotları ile bulunan B değerleri arasındaki ilişkilerin tamamı çok yüksek oranda ilişkili bulunmuştur (Çizelge 4.113.).

Çizelge 4.113. Farklı kantitatif yarıyışlı B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$B_{ICP} \times B_{AH}$	$B_{ICP} = 0,002 + 0,957 \cdot B_{AH}$	0,999**
$B_{ICP} \times B_K$	$B_{ICP} = 0,001 + 0,978 \cdot B_K$	0,999**
$B_{ICP} \times B_D$	$B_{ICP} = 0,001 + 0,968 \cdot B_D$	0,999**
$B_{ICP} \times B_Q$	$B_{ICP} = 0,001 + 0,963 \cdot B_Q$	0,999**
$B_{AH} \times B_K$	$B_{AH} = -0,001 + 1,022 \cdot B_K$	0,999**
$B_{AH} \times B_D$	$B_{AH} = -0,001 + 1,011 \cdot B_D$	0,999**
$B_{AH} \times B_Q$	$B_{AH} = -0,001 + 1,006 \cdot B_Q$	0,999**
$B_K \times B_D$	$B_K = 0,989 \cdot B_D$	0,999**
$B_K \times B_Q$	$B_K = 0,984 \cdot B_Q$	0,999**
$B_D \times B_Q$	$B_D = 0,995 \cdot B_Q$	0,999**

B_{SSEks} yönteminin uygulanması ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltisinde 5 farklı kantitatif B belirleme metodu kullanılarak bulunan B değerleri arasındaki farkların önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.114.).

Çizelge 4.114. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı B (mg/kg)]

Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔB (mg/kg)
$B_{ICP} - B_{AH}$	-1,194	0,425	-0,096 ^{bd}
$B_{ICP} - B_K$	-0,637	0,379	-0,048 ^{bd}
$B_{ICP} - B_D$	-1,287	0,665	-0,072 ^{bd}
$B_{ICP} - B_Q$	-0,861	0,455	-0,084 ^{bd}
$B_{AH} - B_K$	0,547	0,520	0,048 ^{bd}
$B_{AH} - B_D$	0,657	0,325	0,024 ^{bd}
$B_{AH} - B_Q$	0,467	0,465	0,012 ^{bd}
$B_K - B_D$	-0,989	0,125	-0,024 ^{bd}
$B_K - B_Q$	-0,654	0,257	-0,036 ^{bd}
$B_D - B_Q$	-0,456	0,356	-0,012 ^{bd}

Çalışmada elde edilen bulgular Sahrawat et al. (2012), Sarkar et al. (2014), Kacar and Fox (1967) ve Uysal vd. (2017) tarafından elde edilen sonuçlar ile benzerlik göstermektedir.

Çalışmada kullanılan B ekstraksiyon yönteminin ve ekstrakt çözeltisinde kantitatif B tayin metotlarının toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Bkz. Çizelge 4.115., Çizelge 4.116.).

Araştırmada kullanılan B_{SSEks} yönteminin TAM miktarı 15,15 TL/10 örnek olarak belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.115.). Çalışmada B_{SSEks} yöntemi uygulanarak

elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde 5 farklı nicel B belirleme metodu uygulanarak yarıyışlı B belirlemeleri sonucunda en ekonomik uygulamanın B_{ICP} uygulaması olduğu, en maliyetli uygulamanın ise B_D uygulaması olduğu görülebilmektedir (Çizelge 4.116.).

Çizelge 4.115. B_{SSEks} yönteminin uygulama maliyeti (10 örnek)

	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
B _{SSEks}	30	15,39	0,33	0,01	0,06	15,79

Çizelge 4.116. Kantitatif B belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)

Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
B _{ICP}	5	2,57	5,40	0,54	1,14	9,65
B _{AH}	20	10,26	15,67	0,01	0,01	25,95
B _K	15	7,70	6,53	0,01	0,01	14,25
B _D	33	16,93	30,59	0,17	0,24	47,93
B _Q	17	8,72	6,53	0,01	0,01	15,27

B_{SSEks} yönteminin uygulanması ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde farklı B analiz metotlarının uygulanması sonucunda meydana gelen TAM miktarları; B_{ICP} metodu için 9,65 TL, B_{AH} metodu için 25,95 TL, B_K metodu için 14,25 TL, B_D metodu için 47,93 TL ve B_Q metodu için ise 15,27 TL düzeyinde meydana geldiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.116.). Bulunan TAM miktarları bakımından kantitatif B tayin metotlarının B_{ICP} < B_K < B_Q < B_{AH} < B_D olarak sıralandıkları belirlenmiştir. B_D metodu 8 farklı aşamada gerçekleştirilmektedir. B_{AH} metodu ise 7 aşamadan oluşmaktadır. Metotların uygulanmaları sırasındaki uygulayıcının gerçekleştirdiği faaliyetler nedeniyle söz konusu iki metodun AaS miktarları yükselmiş sonucunda İM miktarlarının diğer metotlara kıyasla daha fazla çıkmasına neden olmuştur. B_D metodunda kullanılan diantrimid kimyasalının ortalama birim maliyetindeki yükseklik söz konusu metodun KMM miktarının artması üzerinde etken olmuştur. B_{AH} metodunda kullanılan azomethin-H kimyasalının da ortalama kimyasal maliyeti diğer metotlarda kullanılan kimyasallara kıyasla daha yüksektir. Bu nedenle B_{AH} metodunun KMM miktarı B_D metodundan sonra en yüksek miktara sahip metot olmasında etken olmuştur (Çizelge 4.116.). B_{ICP} metodunda kullanılan ICP-OES cihazının yatırım maliyeti dolayısıyla AM miktarı ve çalıştırılmasında tüketilen enerji miktarının diğer metotlarda kullanılan laboratuvar aletleri ve cihazlarına kıyasla daha yüksek

olmasından dolayı EM miktarı diğer metotlara göre yüksek çıkması üzerinde rol oynamıştır. B_D metodunda toplam 12 saat süreyle iki farklı sıcaklık kademesinde olmak üzere örnekler işleme tabi tutulmaktadır. Bu analiz prosedürü söz konusu metodun AM ve EM miktarı üzerinde arttırıcı rol oynamaktadır. Yukarıda açıklanan ve metotların uygulanması sırasında meydana gelen işlemlerden kaynaklanan faktörlerin etkisi ile B_{ICP} metodu en ekonomik, B_D metodu ise en maliyetli kantitatif B belirleme metodu olmuştur (Bkz. Çizelge 4.116.).

B_{SSEks} yöntemi TAM miktarı ile kantitatif B belirleme metotları için belirlenmiş olan TAM miktarları bir araya getirildiğinde en ekonomik yöntem+metot uygulamasının B_{SSEks}+B_{ICP} uygulaması olduğu, en maliyetli yöntem+metot uygulamasının ise B_{SSEks}+B_D uygulaması olduğu görülebilmektedir (Çizelge 4.117.).

Çizelge 4.117. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif B tayin metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem + Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
B _{SSEks} + B _{ICP}	35	17,96	5,73	0,55	1,20	25,44
B _{SSEks} + B _{AH}	50	25,65	16,00	0,02	0,07	41,74
B _{SSEks} + B _K	45	23,09	6,86	0,02	0,07	30,04
B _{SSEks} + B _D	63	32,32	30,92	0,18	0,30	63,72
B _{SSEks} + B _Q	47	24,11	6,86	0,02	0,07	31,06

4.2.3.2. Yarayırlı Kükürt (S):

Toprak örneklerinin yarayırlı S miktarlarının tespitine yönelik olarak 3 farklı toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılmış ve elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde yarayırlı S miktarları kantitatif olarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.118. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.118. Yarayırlı S sonuçları (mg/kg)

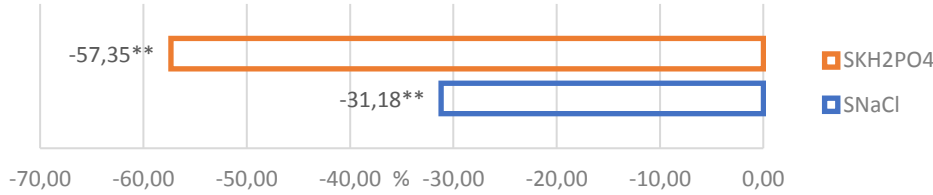
Ekstraksiyon Yöntemi	Min.	Max.	Ort.	sd
S _{NH4OAc}	35,25	120,81	77,93	18,79
S _{KH2PO4}	14,45	99,89	33,24	18,25
S _{NaCl}	15,02	97,21	53,63	20,20

Farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanılarak bulunan yarayırlı S değerlerinin; S_{NH4OAc} yöntemiyle 35,25-120,81 mg/kg, S_{KH2PO4} yöntemiyle 14,45-

99,89 mg/kg ve S_{NaCl} yöntemiyle ise 15,02-97,21 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bulunan ortalama yarayışlı S sonuçlarına göre yöntemler; $S_{KH_2PO_4} < S_{NaCl} < S_{NH_4OAc}$ şeklinde sıralanmıştır. Elde edilen ortalama yarayışlı S sonuçlarına göre en düşük yarayışlı S miktarları $S_{KH_2PO_4}$ yöntemiyle, en yüksek yarayışlı S miktarlarının ise S_{NH_4OAc} yöntemiyle belirlendiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.118.).

S_{NH_4OAc} ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen yarayışlı S değerlerinin referans değerleri olarak kabul edildiği durumda, $S_{KH_2PO_4}$ ekstraksiyon yöntemiyle %13,11 oranında ve S_{NaCl} ekstraksiyon yöntemiyle %129,51 oranında daha düşük yarayışlı S miktarlarının belirlendiği görülmektedir (Grafik 4.18.).

Grafik 4.18. S. S_{NH_4OAc} değerlerine göre %Δ S



Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yarayışlı S ekstraksiyon yöntemleri ile bulunan S değerleri arasındaki en yüksek ilişki $S_{KH_2PO_4}$ X S_{NaCl} ekstraksiyon yöntemleri en düşük ilişki ise S_{NH_4OAc} X S_{NaCl} ekstraksiyon yöntemleri arasında belirlenmiştir (Çizelge 4.119.).

Çizelge 4.119. Yarayışlı S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$S_{KH_2PO_4} - S_{NaCl}$	$S_{KH_2PO_4} = 10,361 + 0,427 \cdot S_{NaCl}$	0,472**
$S_{NH_4OAc} - S_{KH_2PO_4}$	$S_{NH_4OAc} = 68,231 + 0,292 \cdot S_{KH_2PO_4}$	0,283*
$S_{NH_4OAc} - S_{NaCl}$	$S_{NH_4OAc} = 65,236 + 0,237 \cdot S_{NaCl}$	0,254*

Farklı S ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak bulunan yarayışlı S sonuçlarının arasındaki farkların tüm yarayışlı S ekstraksiyon yöntemleri için %99 seviyesinde önemli olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.120.).

Çizelge 4.120. Yöntemler arası eşli-t testi sonuçları [yarayışlı S (mg/kg)]

Yöntemler	t değeri	p değeri	ΔS (mg/kg)
$S_{NH_4OAc} - S_{KH_2PO_4}$	16,618	0,000	44,69**
$S_{NH_4OAc} - S_{NaCl}$	8,408	0,000	24,30**
$S_{KH_2PO_4} - S_{NaCl}$	-8,482	0,000	-20,39**

Farklı yarayışlı S ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif S belirleme metodu kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular Çizelge 4.121. ve Ek Çizelge 1.'de verilmektedir.

Çizelge 4.121. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (mg/kg)

Toprak Ekstraksiyon Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
1 N NH_4OAc	S_{ICP}	35,25	120,81	77,93	18,79
	S_{Spek}	17,20	28,65	21,90	2,27
KH_2PO_4 (500 ppm P)	S_{ICP}	14,45	99,89	33,24	18,25
	S_{Spek}	37,50	162,95	67,89	32,96
NaCl (%1)	S_{ICP}	15,02	97,21	53,63	20,20
	S_{Spek}	45,23	160,87	84,15	27,42

1 N NH_4OAc toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} metodu kullanılarak 35,25-120,81 mg/kg, S_{Spek} metodu kullanılarak 17,20-28,65 mg/kg yarayışlı S, KH_2PO_4 toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} metodu kullanılarak 14,45-99,89 mg/kg, S_{Spek} metodu kullanılarak 37,50-162,95 mg/kg yarayışlı S, NaCl toprak ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde ise S_{ICP} metodu kullanılarak 15,02-97,21 mg/kg, S_{Spek} metodu kullanılarak 45,23-160,87 mg/kg yarayışlı S miktarları belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.121.). Spektrofotometrik belirlemeler sonucunda bulunan yarayışlı S değerleri sonrasında ICP-OES metodu ile belirlenen yarayışlı S miktarları dolayısıyla toprak ekstraksiyon çözeltilerinin matrislerinden kaynaklanan nedenlerden ötürü değişiklik meydana gelmiştir. S_{Spek} metodu ile gerçekleştirilen kantitatif S belirlemeleri sonrasında toprakların yarayışlı S miktarları; $S_{NH_4OAc} < S_{KH_2PO_4} < S_{NaCl}$ şeklinde sıralandığı görülmektedir ($S_{KH_2PO_4} < S_{NaCl} < S_{NH_4OAc}$; S_{ICP}), (Çizelge 4.121.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yarayışlı S ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak

ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} ve S_{Spek} kantitatif S belirleme metotları uygulanarak bulunan S miktarları arasındaki en yüksek ilişki $S_{KH_2PO_4} / S_{ICP} \times S_{Spek}$ metotları arasında, en düşük ilişki ise $S_{NH_4OAc} / S_{ICP} \times S_{Spek}$ metotları arasında tespit edilmiştir (Çizelge 4.122.).

Çizelge 4.122. Farklı kantitatif yarayırlı S analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$S_{NH_4OAc} / S_{ICP} \times S_{Spek}$	$S_{ICP} = 43,808 + 1,558 \cdot S_{Spek}$	0,188 ^{0d}
$S_{KH_2PO_4} / S_{ICP} \times S_{Spek}$	$S_{ICP} = -2,273 + 0,523 \cdot S_{Spek}$	0,994**
$S_{NaCl} / S_{ICP} \times S_{Spek}$	$S_{ICP} = 5,732 + 0,569 \cdot S_{Spek}$	0,773**

Farklı yarayırlı S toprak ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde iki farklı kantitatif S belirleme metodu kullanılarak bulunan yarayırlı S değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.123.).

Çizelge 4.123. Metotlar arası eşli-t testi sonuçları [yarayırlı S (mg/kg)]

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔS (mg/kg)
$S_{NH_4OAc} / S_{ICP} - S_{Spek}$	24,981	0,000	56,02**
$S_{KH_2PO_4} / S_{ICP} - S_{Spek}$	-16,985	0,000	-34,65**
$S_{NaCl} / S_{ICP} - S_{Spek}$	-14,436	0,000	-30,52**

Çalışmada Çizelge 4.118.'de sonuçları verilen yarayırlı S değerlerinin $S_{KH_2PO_4} < S_{NaCl} < S_{NH_4OAc}$ şeklinde sıralanmakta olduğu görülmektedir⁵². Söz konusu her üç yöntemde toprak/su oranı ve çalkalanma süreleri eşittir. 1 N NH_4OAc yönteminin uygulanması ile bulunan yarayırlı S sonuçlarının diğer ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha yüksek çıktığı görülebilmektedir. 1 N NH_4OAc çözeltisinin katyon derişimi KH_2PO_4 çözeltisine oranla 29 kat, $NaCl$ çözeltisine oranla 45 kat, anyon derişimi KH_2PO_4 çözeltisine oranla 38 kat, $NaCl$ çözeltisine oranla ise 98 kat daha yüksektir. S_{NH_4OAc} ekstraksiyon yöntemde kullanılan çözeltinin iyonik gerilimi diğer yöntemlere nazaran kat be kat daha yüksektir. Bu nedenle S_{NH_4OAc} yöntemiyle topraktan diğer ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha yüksek oranda S'nin ekstrakte edilebildiği ve sonucunda en yüksek değişebilir S miktarlarının belirlendiği düşünülmektedir. $S_{KH_2PO_4}$ yönteminde kullanılan çözeltinin katyon derişimi S_{NaCl} yönteminde kullanılan çözeltiye kıyasla 1,6 kat, anyon derişimi ise 2,6 kat daha fazla olmasına rağmen söz

⁵² S_{ICP} metodu uygulanarak bulunan sonuçlar

konusu yöntem ile ekstrakte edilebilen yarayıslı S miktarının $S_{KH_2PO_4}$ yöntemine kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.118.). Söz konusu durumun S_{NaCl} yöntemi sırasında kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin analize tabi tutulan toprak örneklerinin çalkalanması sırasında daha iyi bir şekilde dispers olmasından kaynaklanabileceği dolayısıyla dispersiyonu daha iyi gerçekleştiren toprak örneğinin içerisinde bulunan kil mineralleri yüzeylerinde ve organik madde adsorbsiyon yüzeylerinde adsorbe durumda bulunan SO_4^{-2} iyonları ile yer değişimi bakımından avantaj sağlamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. ICP-OES tekniği toprak ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan SO_4^{-2} iyonları dışında ekstraksiyon işlemleri sırasında çözeltiye geçen ve SO_4 -S formunda olmayan S miktarlarını da çözelti içerisinde herhangi bir ayırım yapmaksızın belirlemektedir. Bu nedenle S_{Spek} metodunun uygulanması ile bulunan S değerleri ile S_{ICP} değerleri arasında bulunan farklılıkların bu sebepte ötürü meydana gelmiş olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca farklı toprak ekstraksiyon yöntemlerin uygulanmasına bağlı olarak elde edilen S sonuçlarının farklı çıkmasının doğal olduğu varsayılmaktadır. Bunun yanında farklı ekstraksiyon yöntemleri ile ekstrakte edilebilen SO_4^{-2} sonuçlarının ekstraksiyon çözeltisinin dolayısıyla toprak karakteristik özellikleri ile kuvvetle interaksiyon halinde olması nedeniyle etkilenmekte olduğu rapor edilmektedir (Gowrisankar and Shukla, 1999; Bloem et al., 2002).

Çalışmada ICP-OES (S_{ICP}) ve türbidimetrik (S_{Spek}) metot uygulanmak suretiyle farklı S ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S miktarları kantitatif olarak belirlenmiş ve S_{ICP} metodu ile S_{Spek} metodu uygulanarak bulunan S değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemli düzeyde olduğu belirlenmiştir. S_{NH_4OAc} yöntemiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} metodu kullanılarak bulunan S değerleri ile S_{Spek} metodu kullanılarak bulunan değerler arasında bir ilişki bulunmadığı ve S_{Spek} metodu ile bulunan S değerlerinin S_{ICP} metoduna kıyasla daha yüksek olduğu görülebilmektedir (Bkz. Çizelge 4.121. ve Çizelge 4.122.). Sözü edilen durum S_{NaCl} yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} ve S_{Spek} metotlarının kullanılması durumunda da benzer olmuştur. S_{NH_4OAc} ve S_{NaCl} yöntemleri ile elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} ve S_{Spek} metotları kullanılarak bulunan S değerleri arasındaki ilişkisiz durumun $S_{KH_2PO_4}$ yöntemiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} ve S_{Spek} metotları kullanılarak bulunan S değerleri arasındaki korelatif düzeyde bulunan ilişki gibi olmamıştır. Söz konusu toprak ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{ICP} ve S_{Spek} metotlarının uygulanmasıyla

bulunan yarayışlı S değerleri arasında istatistiki yönden anlamlı bir ilişkinin olduğu tespit edilmiş ve yarayışlı S değerlerinin Çizelge 4.122.'de verilen regresyon denklemi yardımıyla birbirine dönüştürülmesinin olası olduğu belirlenmiştir. $S_{KH_2PO_4}$ ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{Spek} metodu kullanılarak bulunan yarayışlı S değerlerinin S_{ICP} metodu ile daha yakından ve öngörülebilir bir şekilde ilişkili çıkması üzerinde söz konusu ekstraksiyon yönteminde kullanılan KH_2PO_4 çözeltisinin toprak matriksinden kaynaklanan ve örneklerin KH_2PO_4 ile çalkalanması sonucunda toprak çözeltisine geçen Ca^{+2} iyonlarının S_{Spek} yönteminde kullanılan $BaCl_2$ 'nin $BaSO_4$ şeklinde bileşik oluşturmak suretiyle meydana getirdiği türbidite üzerinde interfere edici etkisini⁵³ yok ederek kantitatif metodun uygulanmasından önce ekstraksiyon aşamasında $CaHPO_4$ şeklinde birleşik oluşturarak çöktürmek suretiyle örneklerin süzülmesi aşamasından önce ve sırasında matriksinden uzaklaştırmasından kaynaklandığı düşünülmektedir⁵⁴.

S_{Spek} metodu kullanılarak elde edilen yarayışlı S değerleri $S_{NH_4OAc} < S_{KH_2PO_4} < S_{NaCl}$ olarak bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.121.). S_{NH_4OAc} yöntemiyle ekstraksiyon sırasında diğer yöntemlere kıyasla daha fazla CO_3^{-2} iyonlarının geçtiği bu nedenle S_{Spek} metodunun uygulanması aşamasında katı $BaCl_2$ ilavesi sonrasında $BaSO_4$ oluşumu yerine $BaCO_3$ oluşumunun meydana geldiği dolayısıyla bulanıklığı azaltıcı etki yapmak suretiyle kantitatif belirleme üzerinde interfere edici etki yaparak yarayışlı S değerlerinin diğer yöntemlerle bulunan yarayışlı S değerlerine kıyasla daha düşük çıkmasına yol açtığı düşünülmektedir. $S_{KH_2PO_4}$ yönteminde ise Ca^{+2} iyonu ve CO_3^{-2} iyonu etkisinin yöntemin çözelti kimyasından dolayı kısmen bertaraf edilebildiği varsayılmaktadır⁵⁵. S_{NaCl} yöntemiyle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S_{Spek} metodunun kullanılması yoluyla bulunan yarayışlı S değerlerinin en yüksek miktarlarda bulunması ise söz konusu yöntemle elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltisinin süzülmesi ve ardından S_{Spek} metodu ile analizi sırasında ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan Ca^{+2} iyonları ile CO_3^{-2} iyonlarının mikronize $CaCO_3$ oluşturması, $BaSO_4$ yanında $CaSO_4$ oluşumunun meydana gelmesi ve bu amorf yapıdaki $CaCO_3$ ve $CaSO_4$ kristallerin $BaSO_4$ kristalleri ile birlikte $NaCl$ çözeltisinin yüksek düzeydeki dispersiyon özelliği ile birleşerek metodun uygulanması sırasında ilave edilen ve çözeltide meydana gelen kristallerin yerçekimine bağlı olarak çökmesini önleyen %70'lik sorbitol ilavesi

⁵³ $Ba^{+2} + SO_4^{-2} \rightarrow BaSO_4$ yerine $Ca^{+2} + SO_4^{-2} \rightarrow CaSO_4$ (Türbiditenin artması)

⁵⁴ Toprak örneklerinin ortalama pH değerleri $pH_{1:5}$ yöntemine göre 8,48 bulunmuştur. Bu pH'da $H_2PO_4^- \rightarrow HPO_4^{-2}$ formuna dönüşmektedir (Sağlam, 1994). $Ca^{+2} + HPO_4^{-2} + 2H_2O \rightarrow CaHPO_4 \cdot 2H_2O$ (di-kalsiyum fosfat) oluşmaktadır. Söz konusu bileşiğin sudaki çözünürlüğü 0,02 gr / 100 ml'dir.

⁵⁵ Örneklerin $CaCO_3$ içerikleri $CaCO_{3s}$ yöntemi sonuçlarına göre %0,89-19,15 arasında değişim göstermektedir.

sonrasında çözelti içerisinde askıda kalmaya devam etmesi sebebiyle spektrofotometrik belirleme sırasında ışık saçılmasını arttırması dolayısıyla cihaz okumaları sırasında absorbans değerlerinin pozitif yönde etkilenmesine ve olduğundan daha yüksek yarayışlı S değerlerinin bulunmasına neden olduğu düşünülmektedir. Bresler et al. (1982), ekstraksiyon çözeltisi içerisinde bulunan Ca^{+2} ve SO_4^{-2} iyonlarının iyon çifti oluşturmaya meyilli olduklarını ve bu nedenle BaCl_2 kullanılarak gerçekleştirilen türbidimetrik metodu etkilemek suretiyle hatalı sonuçların alınmasına yol açabileceğini rapor etmişlerdir.

Çalışmada elde edilen bulgular Williams and Steinbergs (1962), Vendrell et al. (1990), Shirisha et al. (2010), Fox et al. (1964), Esmel et al. (2010), Cihacek et al. (2015), Ülgen vd. (1989), Turan vd. (2010) ve Amin ve Kacar (1985) tarafından belirlenmiş olan sonuçlar ile uyumlu olduğu belirlenmiştir.

Çalışmada kullanılan 3 farklı S analiz yönteminin toplam analiz maliyetleri de karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.124.).

Çizelge 4.124. Yarayışlı S ekstraksiyon yöntemlerinin uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$\text{S}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$	25	12,83	4,24	0,07	0,05	17,19
$\text{S}_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$	25	12,83	0,02	0,15	0,09	13,09
S_{NaCl}	25	12,83	0,10	0,07	0,05	13,05

$\text{S}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yönteminin TAM miktarı 17,19 TL/10 örnek, $\text{S}_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$ yönteminin TAM miktarı 13,09 TL/10 örnek ve S_{NaCl} yönteminin TAM miktarı ise 13,05 TL/10 örnek olarak belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.124.). Çalışmada kullanılan farklı yarayışlı S ekstraksiyon yöntemleri arasında en ekonomik yöntemin S_{NaCl} olduğu, en maliyetli ekstraksiyon yönteminin ise $\text{S}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yöntemi olduğu tespit edilmiştir. $\text{S}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yönteminin en maliyetli toprak ekstraksiyon yöntemi olması üzerinde ekstraksiyon çözeltisi olarak kullanılan 1 N NH_4OAc çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan çözelti derişimin diğer yöntemlere kıyasla yüksek olması dolayısıyla çözelti hazırlanmasında kullanılan NH_4OAc kimyasalının yüksek tüketilmesine yol açmıştır. NH_4OAc kimyasalının ortalama birim maliyeti diğer yöntemlerde kullanılan çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan kimyasal maddelerim ortalama birim maliyetlerinden daha yüksektir. Çözelti derişimi ve ortalama birim kimyasal malzeme maliyetinin yüksek olmasının birlikte etkisi ile $\text{S}_{\text{NH}_4\text{OAc}}$ yöntemi en maliyetli toprak ekstraksiyon yöntemi olmuştur. $\text{S}_{\text{KH}_2\text{PO}_4}$ ve S_{NaCl} yöntemleri

arasında meydana gelen 0,04 TL/ 10 örnek'lik TAM miktarı farkı AM ve EM miktarındaki farktan kaynaklanmıştır. S_{NaCl} yönteminde örneklerin çalkalanma süresi $S_{KH_2PO_4}$ yöntemindeki çalkalama süresinden 30 dk daha azdır. Bu süre farkı AM miktarı ve dolayısıyla EM miktarı üzerinde artırıcı etkiye yol açmaktadır (Bkz. Çizelge 4.124.).

Çalışmada 3 farklı toprak ekstraksiyonu yönteminin uygulanması sonucunda elde edilen toprak ekstraksiyonu çözeltileri içerisinde iki farklı kantitatif S belirleme metodu kullanılarak yarayışlı S belirlemeleri gerçekleştirilmiştir. Söz konusu metotların TAM miktarları Çizelge 4.125.'den görülebilmektedir.

Çizelge 4.125. Kantitatif S belirleme metotlarının uygulama maliyetleri (10 örnek)

Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
S_{ICP}	5	2,57	5,40	0,54	1,14	9,65
S_{Spek}	20	10,26	8,98	0,01	0,01	19,26

S_{Spek} metodu S_{ICP} metoduna nazaran uygulayıcının hem örneklerin türbidimetrik analiz metoduna uygun olarak hazırlanması ve ardından gerçekleştirilen spektrofotometre okumaları için harcanan süre ile birlikte değerlendirildiğinde S_{ICP} metoduna göre dezavantajlı durumda bulunmaktadır. Dolayısıyla söz konusu iki metot arasında meydana gelen maliyet farkı üzerinde en etkili faktör KMM miktarlarından önce bu etmene dayanmaktadır. S_{ICP} metodunda toprak ekstraksiyon çözeltilerinde S belirlemeleri direkt olarak gerçekleştirilebilmektedir. Bu nedenle belirleme sırasında yalnızca Ar gazı kullanılmaktadır. S_{Spek} yönteminde ise sorbitol ve kristal $BaCl_2$ kimyasalları kullanılmaktadır. Sorbitol ve $BaCl_2$ kimyasallarının ortalama birim madde maliyetleri Ar gazı ortalama birim hacim miktarına kıyasla daha yüksektir⁵⁶.

Yarayışlı S ekstraksiyon yöntemleri TAM miktarları ile toprak ekstraksiyonları sonrasında elde edilen toprak ekstraksiyon çözeltileri içerisinde bulunan S miktarının kantitatif yolla belirlenmesine yönelik olarak kullanılan metotların TAM miktarları bir araya getirildiğinde en ekonomik yöntem+metot uygulamasının $S_{NaCl}+S_{ICP}$ uygulaması olduğu, en maliyetli yöntem+metot

⁵⁶ Örnek başına 5 ml %70'lik sorbitol (220 TL / 1000 gr), 1 gr $BaCl_2$ (115 TL / 1000 gr), 10 örnek ICP-OES toplam 15 dk X 12 lt/dk Ar = 180lt Ar = 180 X 0,03 TL/lt = 5,40 TL /10 örnek.

uygulamasının ise $S_{NH_4OAc} + S_{Spek}$ uygulaması olduğu görülebilmektedir (Çizelge 4.126.).

Çizelge 4.126. Ekstraksiyon yöntemi / Kantitatif S tayin metodu uygulama maliyetleri (10 örnek)

Yöntem + Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$S_{NH_4OAc} + S_{ICP}$	30,00	15,40	9,64	0,61	1,19	26,84
$S_{NH_4OAc} + S_{Spek}$	45,00	23,09	13,22	0,08	0,06	36,45
$S_{KH_2PO_4} + S_{ICP}$	30,00	15,40	5,42	0,69	1,23	22,74
$S_{KH_2PO_4} + S_{Spek}$	45,00	23,09	9,00	0,16	0,10	32,35
$S_{NaCl} + S_{ICP}$	30,00	15,40	5,50	0,61	1,19	22,70
$S_{NaCl} + S_{Spek}$	45,00	23,09	9,08	0,08	0,06	32,31

4.3. Bitki Örneklerinin Analizi

4.3.1. Yaprak Ayası ve Sapı Makro ve Mikro Bitki Besin Elementi Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması:

4.3.1.1. Toplam Azot (N):

Yaprak ayası ve yaprak sapı örneklerinin N içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 3 farklı kantitatif belirleme metodu uygulanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.127., Çizelge 4.128. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.127. Yaprak ayası N içerikleri (%)

Metot	Min.	Max.	Ort.	sd
A-N _{kj}	2,81	3,74	3,26	0,204
A-N _{Se}	2,80	3,82	3,36	0,213
A-N _{dumas}	2,78	3,70	3,37	0,198

Yaprak ayası örneklerinin farklı N belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan N miktarları; A-N_{kj} metoduyla %2,81-3,74, A-N_{Se} metoduyla %2,80-3,82 ve A-N_{dumas} metodunun uygulanmasıyla ise %2,78-3,70 miktarları arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan kantitatif N belirleme metotlarıyla bulunan ortalama N miktarlarına göre metotlar; A-N_{kj} < A-N_{Se} < A-N_{dumas} olarak sıralanmakta olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.128. Yaprak Sapı N içerikleri (%)

Metot	Min.	Max.	Ort.	sd
S-N _{kj}	0,77	1,25	1,01	0,128
S-N _{Se}	0,77	1,26	0,99	0,126
S-N _{dumas}	0,80	1,30	1,02	0,132

Yaprak sapı örneklerinin farklı N belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan N miktarları; S-N_{kj} metoduyla %0,77-1,25, S-N_{Se} metoduyla %0,77-1,26 ve S-N_{dumas} metodunun uygulanmasıyla ise %0,80-1,30 miktarları arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan kantitatif N belirleme metotlarıyla bulunan ortalama N miktarlarına göre metotlar; S-N_{Se} < S-N_{kj} < S-N_{dumas} olarak sıralanmakta olduğu tespit edilmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak ayası örneklerinin N içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak uygulanan kantitatif N belirleme metotları ile bulunan N değerleri arasındaki en yüksek ilişki $A-N_{Se}$ X $A-N_{dumas}$ metotları arasında en düşük düzeydeki ilişkinin ise $A-N_{kj}$ X $A-N_{Se}$ metotları arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.129.).

Çizelge 4.129. Yaprak ayası N sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$A-N_{Se}$ X $A-N_{dumas}$	$A-N_{Se} = -0,106 + 1,026 \cdot A-N_{dumas}$	0,978**
$A-N_{kj}$ X $A-N_{dumas}$	$A-N_{kj} = -0,106 + 1,026 \cdot A-N_{dumas}$	0,975**
$A-N_{kj}$ X $A-N_{Se}$	$A-N_{kj} = -0,106 + 1,026 \cdot A-N_{Se}$	0,907**

Yaprak sapı örneklerinin N içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak uygulanan kantitatif N belirleme metotları ile bulunan N değerleri arasındaki en yüksek ilişki $S-N_{Se}$ X $S-N_{dumas}$ metotları arasında en düşük düzeydeki ilişkinin ise $S-N_{kj}$ X $S-N_{Se}$ metotları arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.130.).

Çizelge 4.130. Yaprak sapı N sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$S-N_{Se}$ / $S-N_{dumas}$	$S-N_{Se} = -0,018 + 0,987 \cdot S-N_{dumas}$	0,971**
$S-N_{kj}$ / $S-N_{dumas}$	$S-N_{kj} = -0,005 + 1,001 \cdot S-N_{dumas}$	0,969**
$S-N_{kj}$ / $S-N_{Se}$	$S-N_{kj} = 0,129 + 0,897 \cdot S-N_{Se}$	0,883**

Farklı kantitatif analiz metotlarının uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası N miktarları arasında bulunan farkların $A-N_{Se}$ / $A-N_{dumas}$ metotları arasında önemsiz, $A-N_{kj}$ / $A-N_{Se}$ ve $A-N_{kj}$ / $A-N_{dumas}$ metotları arasında %99 seviyesinde önemli, yaprak sapı N miktarları arasında bulunan farkların ise $S-N_{kj}$ / $S-N_{Se}$ metotları arasında, $S-N_{Se}$ / $S-N_{dumas}$ metotları arasında ve $S-N_{kj}$ / $S-N_{dumas}$ metotları arasında ise önemsiz bulunduğu görülmektedir (Çizelge 4.131. ve Bkz. Çizelge 4.132.).

Çizelge 4.131. Eşli-t testi sonuçları (Aya-N)

Metot / Metot	t değeri	p değeri	$\Delta Aya-N$ (%)
$A-N_{kj}$ / $A-N_{Se}$	-6,143	0,000	-0,009**
$A-N_{kj}$ / $A-N_{dumas}$	-14,287	0,000	-0,019**
$A-N_{Se}$ / $A-N_{dumas}$	-2,023	0,051	-0,011 ^{öd}

Çizelge 4.132. Eşli-t testi sonuçları (Sap-N)

Metot / Metot	t değeri	p değeri	Δ Sap-N (%)
S-N _{kj} / S-N _{Se}	1,589	0,104	0,002 ^{öd}
S-N _{kj} / S-N _{dumas}	-0,705	0,486	-0,003 ^{öd}
S-N _{Se} / S-N _{dumas}	-1,974	0,165	-0,001 ^{öd}

Araştırmada yaprak ayası örneklerinin farklı N belirleme metotları ile N içeriklerinin belirlenmesi sırasında N_{dumas} metodu ile N_{kj} ve N_{Se} metotlarına kıyasla aynı değerlerde N belirlenmesi söz konusu örneklerin NO₃-N miktarının bakımından az olmasından kaynaklandığı değerler arasındaki farkın istatistiki yönden önemsiz olmasında N_{Se} metodunda kullanılan yaş yakma işlemindeki yakma karışımının NO₃-N fraksiyonunun NH₄-N haline dönüştürülmesinde başarılı olduğu düşünülmektedir (McGeehan and Naylor, 1988; Jimenez and Ladha, 1983). Örneklerin içerdiği NO₃-N miktarının durumuna göre oluşan söz konusu durum ise yaprak sapı örneklerinde yaprak ayası örneklerinde ortaya çıkan durumdakine benzer şekilde gerçekleşmemiştir. Bu durumun yaprak sapı örneklerinde aynı şekilde gerçekleşmemesi, yaprak sapı örneklerinin göreceli olarak yaprak ayası örneklerine kıyasla çok daha fazla NO₃-N içermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmada farklı kantitatif N belirleme metotlarının sonucunda elde edilen toplam N sonuçları arasındaki ilişkilerin Haynes (1980), Jimenez and Ladha (1993), Matejovic (1995), Sahrawat et al. (2002), Simonne et al. (1994), Smith (1979) ve Watson and Galliher (2001) tarafından bildirilen sonuçlar ile uyumlu olduğu, araştırmada farklı bağ alanlarından alınan yaprak dokusu örneklerinde belirlenmiş olan toplam N miktarlarının ise Tepecik vd. (2014a), Tepecik vd. (2014b) ve Aydın vd. (2005) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan değerler ile benzer olduğu belirlenmiştir.

4.3.1.2. Fosfor (P):

Yaprak ayası örneklerinin P içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı yakma ve 3 adet ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve bulunan P sonuçları Çizelge 4.133., Çizelge 4.136. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.133. Yaprak ayası P içerikleri (%)⁵⁷

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AP-AYY _{HNO3Cl}	0,22	0,64	0,35	0,098
AP-AYY _{Se}	0,23	0,65	0,34	0,076
AP-MD _{HNO3}	0,23	0,65	0,35	0,057
AP-KY ₆₀₀	0,22	0,63	0,33	0,056
AP-KY ₉₀₀	0,23	0,64	0,34	0,076
AEksP _{H2O}	0,09	0,33	0,15	0,055
AEksP _{HOAc}	0,08	0,30	0,13	0,050
AEksP _{HCl}	0,08	0,30	0,14	0,047

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan P miktarları; AP-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,22-0,64, AP-AYY_{Se} yöntemiyle %0,23-0,65, AP-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,23-0,65, AP-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,22-0,63, AP-KY₉₀₀ yöntemiyle %0,23-0,64, AEksP_{H2O} yöntemiyle %0,09-0,33, AEksP_{HOAc} yöntemiyle %0,08-0,30 ve AEksP_{HCl} yöntemiyle ise %0,08-0,30 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama P miktarlarına göre yöntemler; AEksP_{HOAc} < AEksP_{HCl} < AEksP_{H2O} < AP-KY₆₀₀ < AP-AYY_{Se} = AP-KY₉₀₀ < AP-MD_{HNO3} = AP-AYY_{HNO3Cl} olarak sıralanmaktadır. Bulunan P sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası P miktarının AEksP_{HOAc} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası P miktarının ise AP-AYY_{HNO3Cl} ve AP-MD_{HNO3} yöntemleriyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası P değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AP-AYY_{HNO3Cl} X AP-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksP_{HCl} X AP-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir. Yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin arasında bulunan P değerleri arasındaki ilişkiler incelendiğinde; tüm yöntem kombinasyonları

⁵⁷ Çizelgelerde sunulan P içerikleri ICP-OES metodu kullanılarak hesaplanmış olup izleyen bölümlerdeki makro ve mikro bitki besin elementi değerleri de aynı metot sonuçlarına dayanılarak verilmiştir.

arasındaki korelasyonların %99 seviyesinde anlamlı olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.134.).

Çizelge 4.134. Yaprak ayası P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AP-AYY _{HNO3Cl} X AP-MD _{HNO3}	AP-AYY _{HNO3Cl} = -0,006 + 0,998*AP-MD _{HNO3}	0,998**
AP-AYY _{Se} X AP-MD _{HNO3}	AP-AYY _{Se} = -0,007 + 1,002*AP-MD _{HNO3}	0,997**
AP-KY ₆₀₀ X AP-MD _{HNO3}	AP-KY ₆₀₀ = -0,005 + 0,972*AP-MD _{HNO3}	0,997**
AP-KY ₉₀₀ X AP-MD _{HNO3}	AP-KY ₉₀₀ = -0,014 + 1,002*AP-MD _{HNO3}	0,996**
AEksP _{H2O} X AP-MD _{HNO3}	AEksP _{H2O} = -0,031 + 0,526*AP-MD _{HNO3}	0,933**
AEksP _{HOAc} X AP-MD _{HNO3}	AEksP _{HOAc} = -0,029 + 0,468*AP-MD _{HNO3}	0,915**
AEksP _{HCl} X AP-MD _{HNO3}	AEksP _{HCl} = -0,013 + 0,354*AP-MD _{HNO3}	0,737**

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan P değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan P değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.135.).

Çizelge 4.135. Eşli-t testi sonuçları (Aya-P)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-P (%)
AP-AYY _{HNO3Cl} / AP-MD _{HNO3}	-1,787	0,083	-0,017 ^{öd}
AP-AYY _{Se} / AP-MD _{HNO3}	-1,699	0,099	-0,009 ^{öd}
AP-KY ₆₀₀ / AP-MD _{HNO3}	-1,753	0,085	-0,020 ^{öd}
AP-KY ₉₀₀ / AP-MD _{HNO3}	-1,615	0,097	-0,015 ^{öd}
AEksP _{H2O} / AP-MD _{HNO3}	22,814	0,000	-0,197**
AEksP _{HOAc} / AP-MD _{HNO3}	22,562	0,000	-0,216**
AEksP _{HCl} / AP-MD _{HNO3}	17,681	0,000	-0,215**

Çizelge 4.136. Yaprak Sapı P içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SP-AYY _{HNO3Cl}	0,15	0,63	0,32	0,131
SP-AYY _{Se}	0,15	0,60	0,31	0,122
SP-MD _{HNO3}	0,14	0,62	0,32	0,114
SP-KY ₆₀₀	0,14	0,61	0,31	0,108
SP-KY ₉₀₀	0,15	0,62	0,31	0,125

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan P miktarları; AP-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,15-0,63, AP-AYY_{Se} yöntemiyle %0,15-0,60, AP-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,14-0,62, AP-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,14-0,61 ve AP-KY₉₀₀ yöntemiyle ise %0,15-0,62 değerleri arasında

değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama P miktarlarına göre yöntemler; $SP-KY_{600} = SP-KY_{900} = SP-AYY_{Se} < SP-AYY_{HNO3Cl} = SP-MD_{HNO3}$ olarak sıralanmaktadır. Bulunan P sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı P miktarının $SP-KY_{600}$, $SP-KY_{900}$ ve $SP-AYY_{Se}$ yöntemleriyle, en yüksek ortalama yaprak sapı P miktarının ise $SP-AYY_{HNO3Cl}$ ve $SP-MD_{HNO3}$ yöntemleriyle elde edildiği belirlenmiştir.

Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı P değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin $SP-AYY_{HNO3Cl}$ X $SP-MD_{HNO3}$ yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise $SP-KY_{900}$ X $SP-MD_{HNO3}$ yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.137.).

Çizelge 4.137. Yaprak sapı P sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$SP-AYY_{HNO3Cl}$ X $SP-MD_{HNO3}$	$SP-AYY_{HNO3Cl} = 0,009 + 0,999 \cdot SP-MD_{HNO3}$	0,999**
$SP-AYY_{Se}$ X $SP-MD_{HNO3}$	$SP-AYY_{Se} = 0,010 + 1,003 \cdot SP-MD_{HNO3}$	0,998**
$SP-KY_{600}$ X $SP-MD_{HNO3}$	$SP-KY_{600} = -0,004 + 0,992 \cdot SP-MD_{HNO3}$	0,997**
$SP-KY_{900}$ X $SP-MD_{HNO3}$	$SP-KY_{900} = -0,009 + 1,003 \cdot SP-MD_{HNO3}$	0,996**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan P değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.138.).

Çizelge 4.138. Eşli-t testi sonuçları (Sap-P)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Sap-P (%)
$AP-AYY_{HNO3Cl} / AP-MD_{HNO3}$	-1,615	0,123	-0,008 ^{öd}
$AP-AYY_{Se} / AP-MD_{HNO3}$	-1,799	0,130	-0,009 ^{öd}
$AP-KY_{600} / AP-MD_{HNO3}$	-1,516	0,125	-0,011 ^{öd}
$AP-KY_{900} / AP-MD_{HNO3}$	-1,419	0,115	-0,012 ^{öd}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin P içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve Spektrofotometrik⁵⁸ P belirleme metotları olmak üzere üç farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak

⁵⁸ Spektrofotometre kullanılarak gerçekleştirilen P belirlemelerinde Molibdofosforik asit mavi renk metodu ($P_{Spek-MM}$) ve Vanadomolibdofosforik asit sarı renk metodu ($P_{Spek-VM}$) uygulanmıştır.

aya ve sap örneklerinde bulunan P miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.139., Çizelge 4.140. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.139. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-P / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif P Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AP-AYY _{HNO3Cl}	P _{ICP}	0,22	0,64	0,35	0,098
	P _{Spek-MM}	0,23	0,65	0,34	0,087
	P _{Spek-VM}	0,23	0,65	0,35	0,099
AP-AYY _{Se}	P _{ICP}	0,23	0,65	0,35	0,076
	P _{Spek-MM}	0,22	0,65	0,35	0,057
	P _{Spek-VM}	0,22	0,64	0,35	0,055
AP-MD _{HNO3}	P _{ICP}	0,23	0,65	0,35	0,057
	P _{Spek-MM}	0,23	0,64	0,34	0,065
	P _{Spek-VM}	0,22	0,65	0,35	0,071
AP-KY ₆₀₀	P _{ICP}	0,22	0,63	0,33	0,056
	P _{Spek-MM}	0,21	0,64	0,34	0,075
	P _{Spek-VM}	0,22	0,62	0,33	0,082
AP-KY ₉₀₀	P _{ICP}	0,23	0,64	0,34	0,076
	P _{Spek-MM}	0,22	0,63	0,33	0,073
	P _{Spek-VM}	0,23	0,64	0,33	0,063

Yaprak ayası örneklerinde 3 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan P değerleri; AP-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,22-0,64, P_{Spek-MM} metoduyla %0,23-0,65 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,23-0,65 değerleri arasında, AP-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,23-0,65, P_{Spek-MM} metoduyla %0,22-0,65 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,22-0,64 değerleri arasında, AP-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,23-0,65, P_{Spek-MM} metoduyla %0,23-0,64 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,22-0,65 değerleri arasında, AP-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,22-0,63, P_{Spek-MM} metoduyla %0,21-0,64 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,22-0,62 değerleri arasında ve AP-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,23-0,64, P_{Spek-MM} metoduyla %0,22-0,63 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,23-0,64 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.139.).

Çizelge 4.140. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-P / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif P Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SP-AYY _{HNO3Cl}	P _{ICP}	0,15	0,63	0,32	0,131
	P _{Spek-MM}	0,14	0,62	0,31	0,182
	P _{Spek-VM}	0,15	0,62	0,31	0,176
SP-AYY _{Se}	P _{ICP}	0,15	0,60	0,31	0,122
	P _{Spek-MM}	0,16	0,61	0,32	0,178
	P _{Spek-VM}	0,16	0,61	0,31	0,156
SP-MD _{HNO3}	P _{ICP}	0,14	0,62	0,32	0,114
	P _{Spek-MM}	0,13	0,61	0,32	0,189
	P _{Spek-VM}	0,13	0,63	0,32	0,169
SP-KY ₆₀₀	P _{ICP}	0,14	0,61	0,31	0,108
	P _{Spek-MM}	0,13	0,62	0,32	0,155
	P _{Spek-VM}	0,14	0,61	0,31	0,165
SP-KY ₉₀₀	P _{ICP}	0,15	0,62	0,31	0,125
	P _{Spek-MM}	0,15	0,62	0,31	0,156
	P _{Spek-VM}	0,14	0,61	0,32	0,166

Yaprak sapı örneklerinde 3 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan P değerleri; SP-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,15-0,63, P_{Spek-MM} metoduyla %0,14-0,62 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,15-0,62 değerleri arasında, SP-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,15-0,60, P_{Spek-MM} metoduyla %0,16-0,61 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,16-0,61 değerleri arasında, SP-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,14-0,62, P_{Spek-MM} metoduyla %0,13-0,61 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,13-0,63 değerleri arasında, SP-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,14-0,61, P_{Spek-MM} metoduyla %0,13-0,62 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,14-0,61 değerleri arasında ve SP-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: P_{ICP} metoduyla %0,15-0,62, P_{Spek-MM} metoduyla %0,15-0,62 ve P_{Spek-VM} metoduyla %0,14-0,61 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.140.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan P miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan P_{ICP}, P_{Spek-MM} ve P_{Spek-VM} nicel P belirleme metotlarının sonucunda bulunan P değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AP-AYY_{HNO3Cl} / P_{ICP} X P_{Spek-MM} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AP-KY₉₀₀ / P_{ICP} X P_{Spek-VM} metotları arasında bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.141.).

Çizelge 4.141. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AP-YYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,001 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,002 + 0,997•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,002 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,999** 0,998** 0,998**
AP-YYY _{Se} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,002 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,003 + 0,998•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,006 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,999** 0,998** 0,997**
AP-MD _{HNO3} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,002 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,005 + 0,996•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,007 + 0,995•P _{Spek-VM}	0,999** 0,997** 0,998**
AP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,009 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,010 + 0,996•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,010 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,999** 0,998** 0,999**
AP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,006 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,007 + 0,998•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,008 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,999** 0,998** 0,996**

Çizelge 4.142. Farklı kantitatif P analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SP-YYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,002 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,003 + 0,997•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,003 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,998** 0,997** 0,997**
SP-YYY _{Se} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,003 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,004 + 0,998•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,007 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,998** 0,997** 0,995**
SP-MD _{HNO3} / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,004 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,006 + 0,996•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,008 + 0,995•P _{Spek-VM}	0,997** 0,996** 0,996**
SP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,010 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,012 + 0,996•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,012 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,997** 0,996** 0,996**
SP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} X P _{Spek-MM} X P _{Spek-VM}	P _{ICP} = -0,009 + 0,999•P _{Spek-MM} P _{ICP} = -0,010 + 0,998•P _{Spek-VM} P _{Spek-MM} = -0,011 + 0,998•P _{Spek-VM}	0,997** 0,996** 0,994**

Nicel metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan P miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan P_{ICP}, P_{Spek-MM} ve P_{Spek-VM} nicel P belirleme metotlarının sonucunda bulunan P değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SP-YYY_{HNO3Cl} / P_{ICP} X P_{Spek-MM} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SP-KY₉₀₀ / P_{ICP} X P_{Spek-VM} metotları arasında bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.143.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan P içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel P belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan P değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.143.).

Çizelge 4.143. Eşli-t testi sonuçları (Aya-P ve Sap-P)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔP (%)
AP-AYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-1,112	0,176	-0,005 ^{öd}
AP-AYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-1,096	0,123	-0,009 ^{öd}
AP-AYY _{HNO3Cl} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,986	0,099	-0,007 ^{öd}
AP-AYY _{Se} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-1,014	0,213	-0,006 ^{öd}
AP-AYY _{Se} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-1,023	0,199	-0,009 ^{öd}
AP-AYY _{Se} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-1,009	0,189	-0,006 ^{öd}
AP-MD _{HNO3} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,988	0,165	-0,005 ^{öd}
AP-MD _{HNO3} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-1,423	0,145	-0,008 ^{öd}
AP-MD _{HNO3} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-1,323	0,122	-0,009 ^{öd}
AP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-1,455	0,113	-0,010 ^{öd}
AP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-1,365	0,154	-0,010 ^{öd}
AP-KY ₆₀₀ / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,986	0,196	-0,009 ^{öd}
AP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-1,112	0,147	-0,009 ^{öd}
AP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-1,645	0,164	-0,009 ^{öd}
AP-KY ₉₀₀ / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,987	0,127	-0,011 ^{öd}
SP-AYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,654	0,526	-0,004 ^{öd}
SP-AYY _{HNO3Cl} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-0,563	0,466	-0,010 ^{öd}
SP-AYY _{HNO3Cl} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,468	0,397	-0,008 ^{öd}
SP-AYY _{Se} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,701	0,546	-0,010 ^{öd}
SP-AYY _{Se} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-0,567	0,599	-0,009 ^{öd}
SP-AYY _{Se} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,478	0,487	-0,007 ^{öd}
SP-MD _{HNO3} / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,563	0,348	-0,006 ^{öd}
SP-MD _{HNO3} / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-0,457	0,546	-0,009 ^{öd}
SP-MD _{HNO3} / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,478	0,497	-0,010 ^{öd}
SP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,578	0,399	-0,012 ^{öd}
SP-KY ₆₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-0,611	0,378	-0,011 ^{öd}
SP-KY ₆₀₀ / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,645	0,541	-0,010 ^{öd}
SP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-MM}	-0,547	0,544	-0,010 ^{öd}
SP-KY ₉₀₀ / P _{ICP} - P _{Spek-VM}	-0,544	0,439	-0,011 ^{öd}
SP-KY ₉₀₀ / P _{Spek-MM} - P _{Spek-VM}	-0,647	0,534	-0,013 ^{öd}

4.3.1.3. Sodyum (Na):

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin Na içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı yakma yöntemi uygulanmış bulunan Na sonuçları Çizelge 4.144., Çizelge 4.147. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.144. Yaprak ayası Na içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
ANa-AYY _{HNO3Cl}	71	1257	300	311
ANa-AYY _{Se}	73	1231	299	309
ANa-MD _{HNO3}	75	1205	298	308
ANa-KY ₆₀₀	73	1194	292	293
ANa-KY ₉₀₀	75	1138	290	290

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Na miktarları; ANa-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 71-1257 mg/kg,

ANa-AYY_{Se} yöntemiyle 73-1231 mg/kg, ANa-MD_{HNO3} yöntemiyle 75-1205 mg/kg, ANa-KY₆₀₀ yöntemiyle 73-1194 mg/kg ve ANa-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 75-1138 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Na miktarlarına göre yöntemler; ANa-KY₉₀₀ < ANa-KY₆₀₀ < ANa-MD_{HNO3} < ANa-AYY_{Se} < ANa-AYY_{HNO3Cl} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Na sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Na miktarının ANa-KY₉₀₀ yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Na miktarının ise ANa-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Na değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin ANa-AYY_{HNO3Cl} X ANa-MD_{HNO3}, ANa-AYY_{Se} X ANa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise ANa-KY₉₀₀ X ANa-MD_{HNO3}, ANa-KY₆₀₀ X ANa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.145.).

Çizelge 4.145. Yaprak ayası Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ANa-AYY _{Se} X ANa-MD _{HNO3}	ANa-AYY _{Se} = -0,132 + 1,004•ANa-MD _{HNO3}	0,999**
ANa-AYY _{HNO3Cl} X ANa-MD _{HNO3}	ANa-AYY _{HNO3Cl} = -0,848 + 1,009•ANa-MD _{HNO3}	0,999**
ANa-KY ₆₀₀ X ANa-MD _{HNO3}	ANa-KY ₆₀₀ = 8,978 + 0,949•ANa-MD _{HNO3}	0,997**
ANa-KY ₉₀₀ X ANa-MD _{HNO3}	ANa-KY ₉₀₀ = 10,191 + 0,940•ANa-MD _{HNO3}	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Na değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.146.).

Çizelge 4.146. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Na)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Na (mg/kg)
ANa-AYY _{HNO3Cl} / ANa-MD _{HNO3}	-1,76	0,354	-1,76 ^{öd}
ANa-AYY _{Se} / ANa-MD _{HNO3}	-1,12	0,237	-1,12 ^{öd}
ANa-KY ₆₀₀ / ANa-MD _{HNO3}	6,26	0,170	6,26 ^{öd}
ANa-KY ₉₀₀ / ANa-MD _{HNO3}	7,82	0,122	7,82 ^{öd}

Çizelge 4.147. Yaprak Sapı Na içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SNa-AYY _{HNO3Cl}	177	6196	1473	1601
SNa-AYY _{Se}	180	6175	1473	1599
SNa-MD _{HNO3}	175	6190	1471	1601
SNa-KY ₆₀₀	178	6195	1473	1600
SNa-KY ₉₀₀	175	6190	1472	1600

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Na miktarları; SNa-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 177-6196 mg/kg, SNa-AYY_{Se} yöntemiyle 180-6175 mg/kg, SNa-MD_{HNO3} yöntemiyle 175-6190 mg/kg, SNa-KY₆₀₀ yöntemiyle 178-6195 mg/kg ve SNa-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 175-6190 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Na miktarlarına göre yöntemler; SNa-MD_{HNO3} < SNa-KY₉₀₀ < SNa-KY₆₀₀ = SNa-AYY_{Se} = SNa-AYY_{HNO3Cl} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Na sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Na miktarının SNa-MD_{HNO3} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak sapı Na miktarının ise SNa-KY₆₀₀, SNa-AYY_{Se} ve SNa-AYY_{HNO3Cl} yöntemleriyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Na değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SNa-AYY_{HNO3Cl} X SNa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SNa-KY₆₀₀ X SNa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.148.).

Çizelge 4.148. Yaprak sapı Na sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SNa-AYY _{HNO3Cl} X SNa-MD _{HNO3}	$SNa-AYY_{HNO3Cl} = -1,412 + 1,001 \cdot SNa-MD_{HNO3}$	0,999**
SNa-KY ₉₀₀ X SNa-MD _{HNO3}	$SNa-KY_{900} = -1,526 + 1,001 \cdot SNa-MD_{HNO3}$	0,999**
SNa-KY ₆₀₀ X SNa-MD _{HNO3}	$SNa-KY_{600} = -0,433 + 1,001 \cdot SNa-MD_{HNO3}$	0,999**
SNa-AYY _{Se} X SNa-MD _{HNO3}	$SNa-AYY_{Se} = -3,577 + 1,001 \cdot SNa-MD_{HNO3}$	0,999**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Na değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.149.).

Çizelge 4.149. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Na)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Sap-Na (mg/kg)
ANa-AYY _{HNO3Cl} / ANa-MD _{HNO3}	-1,615	0,123	-0,008 ^{öd}
ANa-AYY _{Se} / ANa-MD _{HNO3}	-1,799	0,130	-0,009 ^{öd}
ANa-KY ₆₀₀ / ANa-MD _{HNO3}	-1,516	0,125	-0,011 ^{öd}
ANa-KY ₉₀₀ / ANa-MD _{HNO3}	-1,419	0,115	-0,012 ^{öd}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Na içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve alev fotometresi belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Na miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.150., Çizelge 4.151. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.150. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Na / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
ANa-AYY _{HNO3Cl}	Na _{ICP}	71	1257	300	311
	Na _{Alev}	70	1260	298	315
ANa-AYY _{Se}	Na _{ICP}	73	1231	299	309
	Na _{Alev}	75	1225	295	304
ANa-MD _{HNO3}	Na _{ICP}	75	1205	298	308
	Na _{Alev}	78	1225	300	301
ANa-KY ₆₀₀	Na _{ICP}	73	1194	292	293
	Na _{Alev}	70	1202	289	298
ANa-KY ₉₀₀	Na _{ICP}	75	1138	290	290
	Na _{Alev}	75	1194	296	299

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Na değerleri; ANa-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 71-1257 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 70-1260 mg/kg değerleri arasında, ANa-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 73-1231 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 75-1225 mg/kg değerleri arasında, ANa-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 75-1205 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 78-1225 mg/kg değerleri arasında, ANa-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 73-1194 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 70-1202 mg/kg değerleri arasında ve ANa-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 75-1138 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 75-1194 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.150.).

Çizelge 4.151. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Na / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Na Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SNa-AYY _{HNO3Cl}	Na _{ICP}	177	6196	1473	1601
	Na _{Alev}	180	6185	1470	1696
SNa-AYY _{Se}	Na _{ICP}	180	6175	1473	1599
	Na _{Alev}	175	6185	1470	1600
SNa-MD _{HNO3}	Na _{ICP}	175	6190	1471	1601
	Na _{Alev}	181	6124	1477	1594
SNa-KY ₆₀₀	Na _{ICP}	178	6195	1473	1600
	Na _{Alev}	175	6190	1473	1600
SNa-KY ₉₀₀	Na _{ICP}	175	6190	1472	1600
	Na _{Alev}	175	6199	1478	1605

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Na değerleri; SNa-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 177-6196 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 180-6185 mg/kg değerleri arasında, SNa-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 180-6175 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 175-6185 mg/kg değerleri arasında, SNa-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 175-6190 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 181-6124 mg/kg değerleri arasında, SNa-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 178-6195 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 175-6190 mg/kg değerleri arasında ve SNa-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Na_{ICP} metoduyla 175-6190 mg/kg, Na_{Alev} metoduyla 178-6199 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.151.).

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Na miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Na_{ICP} ve Na_{Alev} nicel Na belirleme metotlarının sonucunda bulunan Na değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SNa-AYY_{HNO3Cl} / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise ANa-MD_{HNO3} / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.152.).

Çizelge 4.152. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ANa-AYY _{HNO3Cl} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = 0,118 + 1,000*Na _{Alev}	0,999**
ANa-KY ₆₀₀ / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -1,273 + 1,005*Na _{Alev}	0,999**
ANa-KY ₉₀₀ / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -1,273 + 1,006*Na _{Alev}	0,999**
ANa-AYY _{Se} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = 0,707 + 0,997*Na _{Alev}	0,999**
ANa-MD _{HNO3} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,823 + 1,005*Na _{Alev}	0,999**

Çizelge 4.153. Farklı kantitatif Na analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SNa-MD _{HNO3} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,018 + 1,000·Na _{Alev}	0,999**
SNa-AYY _{Se} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,135 + 1,000·Na _{Alev}	0,999**
SNa-KY ₆₀₀ / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,177 + 1,000·Na _{Alev}	0,999**
SNa-AYY _{HNO3Cl} / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,230 + 1,000·Na _{Alev}	0,999**
SNa-KY ₉₀₀ / Na _{ICP} X Na _{Alev}	Na _{ICP} = -0,724 + 1,001·Na _{Alev}	0,999**

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Na miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Na_{ICP} ve Na_{Alev} nicel Na belirleme metotlarının sonucunda bulunan Na değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SNa-MD_{HNO3} / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SNa-KY₉₀₀ / Na_{ICP} X Na_{Alev} metotları arasında bulunmuştur. Yakma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde Na belirlemek amacıyla uygulanan metotlar arasındaki ilişkilere ait korelasyonların tamamının %99 seviyesinde anlamlı olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.153.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Na içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Na belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Na değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.154.).

Çizelge 4.154. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Na ve Sap-Na)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔNa (mg/kg)
ANa-AYY _{HNO3Cl} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,358	0,184	0,176 ^{öd}
ANa-AYY _{Se} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-0,558	0,581	-0,265 ^{öd}
ANa-MD _{HNO3} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,103	0,278	0,735 ^{öd}
ANa-KY ₆₀₀ / Na _{ICP} - Na _{Alev}	0,598	0,554	0,294 ^{öd}
ANa-KY ₉₀₀ / Na _{ICP} - Na _{Alev}	0,598	0,554	0,294 ^{öd}
SNa-AYY _{HNO3Cl} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	0,428	0,672	0,176 ^{öd}
SNa-AYY _{Se} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	1,977	0,056	0,353 ^{öd}
SNa-MD _{HNO3} / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-0,744	0,462	-4,529 ^{öd}
SNa-KY ₆₀₀ / Na _{ICP} - Na _{Alev}	-0,530	0,600	-0,206 ^{öd}
SNa-KY ₉₀₀ / Na _{ICP} - Na _{Alev}	0,401	0,691	0,206 ^{öd}

[“**” t_{tablo}=2,732; p<0,01 - “*” t_{tablo}=2,034; p<0,05 - “^{öd}”, p>0,05]

4.3.1.4. Potasyum (K):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 3 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin K içerikleri belirlenmiş ve bulunan K sonuçları Çizelge 4.155., Çizelge 4.158. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.155. Yaprak ayası K içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AK-AYY _{HNO3Cl}	0,91	1,23	1,09	0,08
AK-AYY _{Se}	0,89	1,24	1,10	0,09
AK-MD _{HNO3}	0,90	1,24	1,10	0,10
AK-KY ₆₀₀	0,88	1,25	1,11	0,09
AK-KY ₉₀₀	0,89	1,24	1,09	0,10
AEksK _{H2O}	0,34	0,42	0,37	0,02
AEksK _{HOAc}	0,04	0,40	0,36	0,06
AEksK _{HCl}	0,09	0,44	0,37	0,07

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan K miktarları; AK-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,91-1,23, AK-AYY_{Se} yöntemiyle %0,89-1,24, AK-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,90-1,24, AK-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,88-1,25 ve AK-KY₉₀₀ yöntemiyle %0,89-1,24, AEksK_{H2O} yöntemiyle %0,34-0,42, AEksK_{HOAc} yöntemiyle %0,04-0,40 ve AEksK_{HCl} yöntemiyle ise %0,09-0,44 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama K miktarlarına göre yöntemler; AEksK_{HOAc} < AEksK_{H2O} = AEksK_{HCl} < AK-AYY_{HNO3Cl} = AK-KY₉₀₀ < AK-AYY_{Se} = AK-MD_{HNO3} < AK-KY₆₀₀ olarak sıralanmaktadır. Bulunan K sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası K miktarının AEksK_{HOAc} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası K miktarının ise AK-KY₆₀₀ yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası K değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AK-AYY_{HNO3Cl} X AK-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksK_{HCl} X AK-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.156.).

Çizelge 4.156. Yaprak ayası K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AK- AYY_{HNO_3Cl} X AK-MD HNO_3	AK- $AYY_{HNO_3Cl} = -0,016 + 1,005 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,999**
AK- AYY_{Se} X AK-MD HNO_3	AK- $AYY_{Se} = 0,002 + 1,005 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,999**
AK-KY $_{600}$ X AK-MD HNO_3	AK-KY $_{600} = 0,013 + 0,998 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,998**
AK-KY $_{900}$ X AK-MD HNO_3	AK-KY $_{900} = -0,003 + 0,997 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,998**
AEksK H_2O X AK-MD HNO_3	AEksK $H_2O = 0,149 + 0,209 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,835**
AEksK $HOAc$ X AK-MD HNO_3	AEksK $HOAc = -0,046 + 0,374 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,520**
AEksK HCl X AK-MD HNO_3	AEksK $HCl = 0,194 + 0,165 \cdot AK-MD_{HNO_3}$	0,198 ^{od}

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan K değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan K değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.157.).

Çizelge 4.157. Eşli-t testi sonuçları (Aya-K)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	$\Delta Aya-K$ (%)
AK- AYY_{HNO_3Cl} / AK-MD HNO_3	-0,757	0,454	-0,010 ^{od}
AK- AYY_{Se} / AK-MD HNO_3	-0,669	0,645	-0,003 ^{od}
AK-KY $_{600}$ / AK-MD HNO_3	0,567	0,457	0,013 ^{od}
AK-KY $_{900}$ / AK-MD HNO_3	-0,897	0,399	-0,012 ^{od}
AEksK H_2O / AK-MD HNO_3	61,899	0,000	0,710**
AEksK $HOAc$ / AK-MD HNO_3	57,869	0,000	0,725**
AEksK HCl / AK-MD HNO_3	42,663	0,000	0,713**

Çizelge 4.158. Yaprak Sapı K içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SK- AYY_{HNO_3Cl}	1,35	3,32	2,46	0,53
SK- AYY_{Se}	1,34	3,31	2,45	0,55
SK-MD HNO_3	1,36	3,33	2,47	0,50
SK-KY $_{600}$	1,34	3,30	2,44	0,54
SK-KY $_{900}$	1,32	3,32	2,44	0,56

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan K miktarları; SK- AYY_{HNO_3Cl} yöntemiyle %1,35-3,32, SK- AYY_{Se} yöntemiyle %1,34-3,31, SK-MD HNO_3 yöntemiyle %1,36-3,33, SK-KY $_{600}$ yöntemiyle %1,34-3,30 ve SK-KY $_{900}$ yöntemiyle ise %1,32-3,32 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama K miktarlarına göre yöntemler; SK-KY $_{900}$ = AK-KY $_{600}$ < SK- AYY_{Se} < SK- AYY_{HNO_3Cl} < SK-MD HNO_3 olarak sıralanmaktadır.

Bulunan K sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı K miktarının SK-KY₉₀₀ ve AK-KY₆₀₀ yöntemleriyle, en yüksek ortalama yaprak sapı K miktarının ise SK-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı K değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SK-AYY_{HNO3Cl} X SK-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SK-KY₉₀₀ X SK-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.159.).

Çizelge 4.159. Yaprak sapı K sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SK-AYY _{HNO3Cl} X SK-MD _{HNO3}	SK-AYY _{HNO3Cl} = 0,019 + 1,004•SK-MD _{HNO3}	0,999**
SK-AYY _{Se} X SK-MD _{HNO3}	SK-AYY _{Se} = 0,032 + 1,005•SK-MD _{HNO3}	0,999**
SK-KY ₆₀₀ X SK-MD _{HNO3}	SK-KY ₆₀₀ = 0,028 + 0,999•SK-MD _{HNO3}	0,998**
SK-KY ₉₀₀ X SK-MD _{HNO3}	SK-KY ₉₀₀ = 0,013 + 0,997•SK-MD _{HNO3}	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan K değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.160.).

Çizelge 4.160. Eşli-t testi sonuçları (Sap-K)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-K (%)
AK-AYY _{HNO3Cl} / AK-MD _{HNO3}	-0,828	0,414	-0,010 ^{od}
AK-AYY _{Se} / AK-MD _{HNO3}	-0,925	0,566	-0,021 ^{od}
AK-KY ₆₀₀ / AK-MD _{HNO3}	-1,111	0,647	-0,031 ^{od}
AK-KY ₉₀₀ / AK-MD _{HNO3}	-1,126	0,358	-0,032 ^{od}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin K içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve alev fotometresi belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan K miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.161., Çizelge 4.162. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.161. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-K / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif K Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AK-AYY _{HNO3Cl}	K _{ICP}	0,91	1,23	1,09	0,08
	K _{Alev}	0,90	1,24	1,08	0,11
AK-AYY _{Se}	K _{ICP}	0,89	1,24	1,10	0,09
	K _{Alev}	0,88	1,22	1,08	0,12
AK-MD _{HNO3}	K _{ICP}	0,90	1,24	1,10	0,10
	K _{Alev}	0,91	1,25	1,11	0,12
AK-KY ₆₀₀	K _{ICP}	0,88	1,25	1,11	0,09
	K _{Alev}	0,90	1,24	1,10	0,14
AK-KY ₉₀₀	K _{ICP}	0,89	1,24	1,09	0,10
	K _{Alev}	0,91	1,26	1,11	0,12

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan K değerleri; AK-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %0,91-1,26, K_{Alev} metoduyla %0,90-1,24 değerleri arasında, AK-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %0,89-1,24, K_{Alev} metoduyla %0,88-1,22 değerleri arasında, AK-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %0,90-1,24, K_{Alev} metoduyla %0,91-1,25 değerleri arasında, AK-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %0,88-1,25, K_{Alev} metoduyla %0,90-1,24 değerleri arasında ve AK-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %0,89-1,24, K_{Alev} metoduyla %0,91-1,26 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.161.).

Çizelge 4.162. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-K / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif K Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SK-AYY _{HNO3Cl}	K _{ICP}	1,35	3,32	2,46	0,53
	K _{Alev}	1,34	3,33	2,47	0,65
SK-AYY _{Se}	K _{ICP}	1,34	3,31	2,45	0,55
	K _{Alev}	1,33	3,30	2,44	0,66
SK-MD _{HNO3}	K _{ICP}	1,36	3,33	2,47	0,50
	K _{Alev}	1,35	3,34	2,48	0,99
SK-KY ₆₀₀	K _{ICP}	1,34	3,30	2,44	0,54
	K _{Alev}	1,35	3,29	2,43	0,78
SK-KY ₉₀₀	K _{ICP}	1,32	3,32	2,44	0,56
	K _{Alev}	1,33	3,34	2,45	0,67

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan K değerleri; SK-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %1,35-3,32, K_{Alev} metoduyla %1,34-3,33 değerleri arasında, SK-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %1,34-3,31, K_{Alev} metoduyla %1,33-3,30 değerleri arasında, SK-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %1,36-3,33, K_{Alev} metoduyla %1,35-3,34 değerleri arasında, SK-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %1,34-3,30, K_{Alev} metoduyla %1,35-3,29 değerleri arasında ve SK-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: K_{ICP} metoduyla %1,32-3,32, K_{Alev} metoduyla %1,33-3,34 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.162.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan K miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan K_{ICP} ve K_{Alev} nicel K belirleme metotlarının sonucunda bulunan K değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SK- AYY_{HNO_3Cl} X K_{ICP} - K_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AK- MD_{HNO_3} X K_{ICP} - K_{Alev} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.163.).

Çizelge 4.163. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AK- AYY_{HNO_3Cl} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,012 + 1,000 \cdot K_{Alev}$	0,999**
AK-KY ₆₀₀ / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,014 + 1,000 \cdot K_{Alev}$	0,999**
AK-KY ₉₀₀ / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = -0,019 + 1,001 \cdot K_{Alev}$	0,998**
AK- AYY_{Se} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,016 + 0,997 \cdot K_{Alev}$	0,998**
AK- MD_{HNO_3} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = -0,005 + 1,005 \cdot K_{Alev}$	0,997**

Çizelge 4.164. Farklı kantitatif K analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SK- MD_{HNO_3} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,002 + 1,005 \cdot K_{Alev}$	0,999**
SK- AYY_{Se} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,027 + 1,007 \cdot K_{Alev}$	0,999**
SK-KY ₆₀₀ / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = 0,032 + 1,009 \cdot K_{Alev}$	0,998**
SK- AYY_{HNO_3Cl} / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = -0,015 + 0,998 \cdot K_{Alev}$	0,997**
SK-KY ₉₀₀ / K_{ICP} X K_{Alev}	$K_{ICP} = -0,017 + 0,997 \cdot K_{Alev}$	0,997**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan K miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan K_{ICP} ve K_{Alev} nicel K belirleme metotlarının sonucunda bulunan K değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SK- MD_{HNO_3} / K_{ICP} X K_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SK-KY₉₀₀ / K_{ICP} X K_{Alev} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.164.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan K içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel K belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan K değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.165.).

Çizelge 4.165. Eşli-t testi sonuçları (Aya-K ve Sap-K)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔK (%)
AK-AYY _{HNO3Cl} / K _{ICP} - K _{Alev}	0,678	0,568	0,011 ^{öd}
AK-AYY _{Se} / K _{ICP} - K _{Alev}	1,112	0,667	0,010 ^{öd}
AK-MD _{HNO3} / K _{ICP} - K _{Alev}	-0,987	0,457	-0,022 ^{öd}
AK-KY ₆₀₀ / K _{ICP} - K _{Alev}	0,647	0,964	0,022 ^{öd}
AK-KY ₉₀₀ / K _{ICP} - K _{Alev}	-0,678	0,547	-0,013 ^{öd}
SK-AYY _{HNO3Cl} / K _{ICP} - K _{Alev}	-0,648	0,345	-0,013 ^{öd}
SK-AYY _{Se} / K _{ICP} - K _{Alev}	1,245	0,678	0,011 ^{öd}
SK-MD _{HNO3} / K _{ICP} - K _{Alev}	0,987	0,546	0,016 ^{öd}
SK-KY ₆₀₀ / K _{ICP} - K _{Alev}	-1,247	0,789	-0,011 ^{öd}
SK-KY ₉₀₀ / K _{ICP} - K _{Alev}	-0,996	0,478	-0,017 ^{öd}

4.3.1.5. Kalsiyum (Ca):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 3 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin Ca içerikleri belirlenmiş ve bulunan Ca sonuçları Çizelge 4.166., Çizelge 4.168. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.166. Yaprak ayası Ca içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
ACa-AYY _{HNO3Cl}	0,91	1,23	1,09	0,08
ACa-AYY _{Se}	0,92	1,24	1,10	0,09
ACa-MD _{HNO3}	0,90	1,24	1,11	0,10
ACa-KY ₆₀₀	0,91	1,24	1,08	0,07
ACa-KY ₉₀₀	0,91	1,24	1,09	0,08
AEksCa _{H2O}	0,10	0,95	0,13	0,14
AEksCa _{HOAc}	0,12	0,18	0,14	0,01
AEksCa _{HCl}	0,23	0,99	0,44	0,11

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Ca miktarları; ACa-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,91-1,23, ACa-AYY_{Se} yöntemiyle %0,92-1,24, ACa-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,90-1,24, ACa-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,91-1,24 ve AK-KY₉₀₀ yöntemiyle %0,91-1,24, AEksCa_{H2O} yöntemiyle %0,10-0,95, AEksCa_{HOAc} yöntemiyle %0,12-0,18 ve AEksCa_{HCl} yöntemiyle ise %0,23-0,99 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Ca miktarlarına göre yöntemler; AEksCa_{H2O} < AEksCa_{HOAc} < AEksCa_{HCl} < ACa-KY₆₀₀ < ACa-AYY_{HNO3Cl} = ACa-KY₉₀₀ < ACa-AYY_{Se} < ACa-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Ca sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak

ayası Ca miktarının AEksCa_{H₂O} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Ca miktarının ise ACa-MD_{HNO₃} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Ca değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin ACa-AYY_{HNO₃Cl} X ACa-MD_{HNO₃} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise ACa-KY₆₀₀ X ACa-MD_{HNO₃} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir. Yakma yöntemlerinin arasında bulunan Ca değerleri arasındaki ilişkiler incelendiğinde; ACa-AYY_{HNO₃Cl} X ACa-MD_{HNO₃}, ACa-AYY_{Se} X ACa-MD_{HNO₃}, ACa-KY₉₀₀ X ACa-MD_{HNO₃} ve ACa-KY₆₀₀ X ACa-MD_{HNO₃} yöntemleri arasındaki korelasyonların %99 seviyesinde anlamlı, AEksCa_{HOAc} X ACa-MD_{HNO₃} yöntemleri arasındaki korelasyonun %95 seviyesinde anlamlı olduğu, AEksCa_{HCl} X ACa-MD_{HNO₃} ve AEksCa_{H₂O} X ACa-MD_{HNO₃} yöntemleri arasındaki korelasyonları arasındaki ilişkilerin ise önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.167.).

Çizelge 4.167. Yaprak ayası Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ACa-AYY _{HNO₃Cl} X ACa-MD _{HNO₃}	ACa-AYY _{HNO₃Cl} = -0,028 + 1,008·ACa-MD _{HNO₃}	0,999**
ACa-AYY _{Se} X ACa-MD _{HNO₃}	ACa-AYY _{Se} = 0,022 + 1,011·ACa-MD _{HNO₃}	0,999**
ACa-KY ₉₀₀ X ACa-MD _{HNO₃}	ACa-KY ₉₀₀ = 0,015 + 0,995·ACa-MD _{HNO₃}	0,997**
ACa-KY ₆₀₀ X ACa-MD _{HNO₃}	ACa-KY ₆₀₀ = 0,026 + 0,996·ACa-MD _{HNO₃}	0,996**
AEksCa _{HOAc} X ACa-MD _{HNO₃}	AEksCa _{HOAc} = 0,215 - 0,071·ACa-MD _{HNO₃}	0,385*
AEksCa _{HCl} X ACa-MD _{HNO₃}	AEksCa _{HCl} = 0,601 - 0,152·ACa-MD _{HNO₃}	0,119 nd
AEksCa _{H₂O} X ACa-MD _{HNO₃}	AEksCa _{H₂O} = -0,077 + 0,194·ACa-MD _{HNO₃}	0,112 nd

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Ca değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Ca değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.168.).

Çizelge 4.168. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Ca)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Ca (%)
ACa-AYY _{HNO₃Cl} / ACa-MD _{HNO₃}	0,957	0,454	0,022 nd
ACa-AYY _{Se} / ACa-MD _{HNO₃}	0,865	0,645	0,012 nd
ACa-KY ₆₀₀ / ACa-MD _{HNO₃}	-0,456	0,457	-0,014 nd
ACa-KY ₉₀₀ / ACa-MD _{HNO₃}	0,654	0,399	0,005 nd
AEksCa _{H₂O} / ACa-MD _{HNO₃}	34,982	0,000	0,951**
AEksCa _{HOAc} / ACa-MD _{HNO₃}	61,201	0,000	0,948**
AEksCa _{HCl} / ACa-MD _{HNO₃}	26,479	0,000	0,650**

Çizelge 4.169. Yaprak Sapı Ca içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SCa-AYY _{HNO3Cl}	1,35	3,32	2,46	0,53
SCa-AYY _{Se}	1,34	3,33	2,47	0,55
SCa-MD _{HNO3}	1,33	3,34	2,45	0,65
SCa-KY ₆₀₀	1,34	3,31	2,45	0,45
SCa-KY ₉₀₀	1,36	3,31	2,44	0,59

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Ca miktarları; SCa-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %1,35-3,32, SCa-AYY_{Se} yöntemiyle %1,34-3,33, SCa-MD_{HNO3} yöntemiyle %1,33-3,34, SCa-KY₆₀₀ yöntemiyle %1,34-3,31 ve SCa-KY₉₀₀ yöntemiyle ise %1,36-3,31 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Ca miktarlarına göre yöntemler; SCa-KY₉₀₀ < SCa-KY₆₀₀ = SCa-MD_{HNO3} < SCa-AYY_{HNO3Cl} < SCa-AYY_{Se} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Ca sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Ca miktarının SCa-KY₉₀₀ yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak sapı Ca miktarının ise SCa-AYY_{Se} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Ca değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCa-AYY_{HNO3Cl} X SCa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SCa-KY₉₀₀ X SCa-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.170.).

Çizelge 4.170. Yaprak sapı Ca sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r	Yoğunluk	t. s. Hata
SCa-AYY _{HNO3Cl} X SCa-MD _{HNO3}	SCa-AYY _{HNO3Cl} = -0,012 + 0,999·SCa-MD _{HNO3}	0,999**	Çok Yüksek	0,004
SCa-AYY _{Se} X SCa-MD _{HNO3}	SCa-AYY _{Se} = -0,025 + 0,998·SCa-MD _{HNO3}	0,998**	Çok Yüksek	0,009
SCa-KY ₆₀₀ X SCa-MD _{HNO3}	SCa-KY ₆₀₀ = -0,049 + 0,998·SCa-MD _{HNO3}	0,997**	Çok Yüksek	0,013
SCa-KY ₉₀₀ X SCa-MD _{HNO3}	SCa-KY ₉₀₀ = 0,027 + 1,007·SCa-MD _{HNO3}	0,997**	Çok Yüksek	0,018

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Ca değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.171.).

Çizelge 4.171. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Ca)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Sap-Ca (%)
ACa-AYY _{HNO3Cl} / ACa-MD _{HNO3}	0,987	0,313	0,012 ^{öd}
ACa-AYY _{Se} / ACa-MD _{HNO3}	0,657	0,259	0,024 ^{öd}
ACa-KY ₆₀₀ / ACa-MD _{HNO3}	1,127	0,165	0,005 ^{öd}
ACa-KY ₉₀₀ / ACa-MD _{HNO3}	-1,009	0,099	-0,016 ^{öd}

Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Ca içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve alev fotometresi belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Ca miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.172., Çizelge 4.173. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.172. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Ca / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Ca Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
ACa-AYY _{HNO3Cl}	Ca _{ICP}	0,91	1,23	1,09	0,08
	Ca _{Alev}	0,92	1,24	1,10	0,11
ACa-AYY _{Se}	Ca _{ICP}	0,92	1,24	1,10	0,09
	Ca _{Alev}	0,91	1,25	1,11	0,12
ACa-MD _{HNO3}	Ca _{ICP}	0,90	1,24	1,11	0,10
	Ca _{Alev}	0,89	1,25	1,12	0,10
ACa-KY ₆₀₀	Ca _{ICP}	0,91	1,24	1,08	0,07
	Ca _{Alev}	0,90	1,26	1,10	0,11
ACa-KY ₉₀₀	Ca _{ICP}	0,91	1,24	1,09	0,08
	Ca _{Alev}	0,90	1,23	1,08	0,14

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Ca değerleri; ACa-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %0,91-1,23, Ca_{Alev} metoduyla %0,92-1,24 değerleri arasında, ACa-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %0,92-1,24, Ca_{Alev} metoduyla %0,91-1,25 değerleri arasında, ACa-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %0,90-1,24, Ca_{Alev} metoduyla %0,89-1,25 değerleri arasında, ACa-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %0,91-1,24, Ca_{Alev} metoduyla %0,90-1,26 değerleri arasında ve ACa-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %0,91-1,24, Ca_{Alev} metoduyla %0,90-1,23 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.172.).

Çizelge 4.173. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Ca / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Ca Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SCa-AYY _{HNO3Cl}	Ca _{ICP}	1,35	3,32	2,46	0,53
	Ca _{Alev}	1,34	3,33	2,45	0,66
SCa-AYY _{Se}	Ca _{ICP}	1,34	3,33	2,47	0,55
	Ca _{Alev}	1,33	3,35	2,49	0,76
SCa-MD _{HNO3}	Ca _{ICP}	1,33	3,34	2,45	0,65
	Ca _{Alev}	1,32	3,36	2,47	0,99
SCa-KY ₆₀₀	Ca _{ICP}	1,34	3,31	2,45	0,45
	Ca _{Alev}	1,35	3,32	2,46	0,56
SCa-KY ₉₀₀	Ca _{ICP}	1,36	3,31	2,44	0,59
	Ca _{Alev}	1,35	3,33	2,45	0,79

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Ca değerleri; SCa-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %1,35-3,32, Ca_{Alev} metoduyla %1,34-3,33 değerleri arasında, SCa-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %1,34-3,33, Ca_{Alev} metoduyla %1,33-3,35 değerleri arasında, SCa-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %1,33-3,34, Ca_{Alev} metoduyla %1,32-3,36 değerleri arasında, SCa-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %1,34-3,31, Ca_{Alev} metoduyla %1,35-3,32 değerleri arasında ve SCa-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Ca_{ICP} metoduyla %1,36-3,31, Ca_{Alev} metoduyla %1,35-3,33 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.173.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Ca miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Ca_{ICP} ve Ca_{Alev} nicel Ca belirleme metotlarının sonucunda bulunan Ca değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCa-AYY_{HNO3Cl} / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise ACa-AYY_{Se} / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.174.).

Çizelge 4.174. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ACa-AYY _{HNO3Cl} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,016 + 1,006•Ca _{Alev}	0,999**
ACa-MD _{HNO3} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = -0,006 + 1,004•Ca _{Alev}	0,997**
ACa-KY ₆₀₀ / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,018 + 1,007•Ca _{Alev}	0,999**
ACa-KY ₉₀₀ / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,022 + 1,011•Ca _{Alev}	0,998**
ACa-AYY _{Se} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,018 + 0,998•Ca _{Alev}	0,997**

Çizelge 4.175. Farklı kantitatif Ca analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SCa-MD _{HNO3} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = -0,017 + 0,997*Ca _{Alev}	0,999**
SCa-YYY _{HNO3Cl} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,008 + 0,999*Ca _{Alev}	0,997**
SCa-YYY _{Se} / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,045 + 1,010*Ca _{Alev}	0,998**
SCa-KY ₆₀₀ / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,013 + 0,997*Ca _{Alev}	0,997**
SCa-KY ₉₀₀ / Ca _{ICP} X Ca _{Alev}	Ca _{ICP} = 0,015 + 1,002*Ca _{Alev}	0,996**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Ca miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Ca_{ICP} ve Ca_{Alev} nicel Ca belirleme metotlarının sonucunda bulunan Ca değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCa-MD_{HNO3} / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SCa-KY₉₀₀ / Ca_{ICP} X Ca_{Alev} metotları arasında bulunmuştur. Yakma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde Ca belirlemek maksadıyla uygulanan metotlar arasındaki ilişkilere ait korelasyonların tamamının %99 seviyesinde anlamlı olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.175.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Ca içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Ca belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Ca değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.176.).

Çizelge 4.176. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Ca ve Sap-Ca)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔCa (%)
ACa-YYY _{HNO3Cl} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-0,765	0,569	-0,011 ^{öd}
ACa-YYY _{Se} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-1,124	0,745	-0,014 ^{öd}
ACa-MD _{HNO3} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-1,247	0,368	-0,015 ^{öd}
ACa-KY ₆₀₀ / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-1,025	0,631	-0,022 ^{öd}
ACa-KY ₉₀₀ / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	0,987	0,489	0,015 ^{öd}
SCa-YYY _{HNO3Cl} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	0,778	0,456	0,012 ^{öd}
SCa-YYY _{Se} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-1,224	0,879	-0,021 ^{öd}
SCa-MD _{HNO3} / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-0,867	0,657	-0,013 ^{öd}
SCa-KY ₆₀₀ / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-0,478	0,358	-0,014 ^{öd}
SCa-KY ₉₀₀ / Ca _{ICP} - Ca _{Alev}	-0,555	0,367	-0,011 ^{öd}

4.3.1.6. Magnezyum (Mg):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 3 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak

örneklerinin Mg içerikleri belirlenmiş ve bulunan Mg sonuçları Çizelge 4.177., Çizelge 4.180. ve Ek Çizelge1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.177. Yaprak ayası Mg içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AMg-AYY _{HNO3Cl}	0,41	0,73	0,58	0,07
AMg-AYY _{Se}	0,43	0,76	0,59	0,08
AMg-MD _{HNO3}	0,41	0,74	0,58	0,06
AMg-KY ₆₀₀	0,40	0,75	0,56	0,08
AMg-KY ₉₀₀	0,39	0,75	0,57	0,09
AEksMg _{H2O}	0,13	0,18	0,15	0,01
AEksMg _{HOAc}	0,14	0,19	0,17	0,01
AEksMg _{HCl}	0,13	0,18	0,16	0,01

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mg miktarları; AMg-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,91-1,23, AMg-AYY_{Se} yöntemiyle %0,92-1,24, AMg-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,90-1,24, AMg-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,91-1,24 ve AMg-KY₉₀₀ yöntemiyle %0,91-1,24, AEksMg_{H2O} yöntemiyle %0,13-0,18, AEksMg_{HOAc} yöntemiyle %0,14-0,19 ve AEksMg_{HCl} yöntemiyle ise %0,13-0,18 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama Mg miktarlarına göre yöntemler; AEksMg_{H2O} < AEksMg_{HCl} < AEksMg_{HOAc} < AMg-KY₆₀₀ < AMg-AYY_{HNO3Cl} = AMg-KY₉₀₀ < AMg-AYY_{Se} < AMg-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Mg sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Mg miktarının AEksMg_{H2O} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Mg miktarının ise AMg-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Mg değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AMg-AYY_{HNO3Cl} X AMg-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksMg_{HCl} C AMg-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.178.).

Çizelge 4.178. Yaprak ayası Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AMg-AYY _{HNO3Cl} X AMg-MD _{HNO3}	AMg-AYY _{HNO3Cl} = 0,002 + 1,000•AMg-MD _{HNO3}	0,999**
AMg-AYY _{Se} X AMg-MD _{HNO3}	AMg-AYY _{Se} = -0,008 + 1,002•AMg-MD _{HNO3}	0,998**
AMg-KY ₉₀₀ X AMg-MD _{HNO3}	AMg-KY ₉₀₀ = 0,009 + 0,999•AMg-MD _{HNO3}	0,997**
AMg-KY ₆₀₀ X AMg-MD _{HNO3}	AMg-KY ₆₀₀ = 0,008 + 0,997•AMg-MD _{HNO3}	0,997**
AEksMg _{HOAc} X AMg-MD _{HNO3}	AEksMg _{HOAc} = 0,073 + 0,163•AMg-MD _{HNO3}	0,939**
AEksMg _{H2O} X AMg-MD _{HNO3}	AEksMg _{H2O} = 0,066 + 0,153•AMg-MD _{HNO3}	0,895**
AEksMg _{HCl} X AMg-MD _{HNO3}	AEksMg _{HCl} = 0,150 + 0,022•AMg-MD _{HNO3}	0,135 ^{od}

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mg değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Mg değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.179.).

Çizelge 4.179. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mg)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Mg (%)
AMg-AYY _{HNO3Cl} / AMg-MD _{HNO3}	0,957	0,454	0,022 ^{od}
AMg-AYY _{Se} / AMg-MD _{HNO3}	0,865	0,645	0,012 ^{od}
AMg-KY ₆₀₀ / AMg-MD _{HNO3}	-0,456	0,457	-0,014 ^{od}
AMg-KY ₉₀₀ / AMg-MD _{HNO3}	0,654	0,399	0,005 ^{od}
AEksMg _{HOAc} / AMg-MD _{HNO3}	38,518	0,000	0,421**
AEksMg _{H2O} / AMg-MD _{HNO3}	37,920	0,000	0,409**
AEksMg _{HCl} / AMg-MD _{HNO3}	32,435	0,000	0,414**

Çizelge 4.180. Yaprak Sapı Mg içerikleri (%)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SMg-AYY _{HNO3Cl}	0,73	1,37	1,02	0,16
SMg-AYY _{Se}	0,73	1,38	1,01	0,15
SMg-MD _{HNO3}	0,72	1,38	1,03	0,17
SMg-KY ₆₀₀	0,73	1,36	1,01	0,16
SMg-KY ₉₀₀	0,72	1,37	1,01	0,17

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mg miktarları; SMg-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle %0,73-1,37, SMg-AYY_{Se} yöntemiyle %0,73-1,38, SMg-MD_{HNO3} yöntemiyle %0,72-1,38, SMg-KY₆₀₀ yöntemiyle %0,73-1,36 ve SMg-KY₉₀₀ yöntemiyle ise %0,72-1,37 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Mg miktarlarına göre yöntemler; SMg-AYY_{Se} = SMg-KY₉₀₀ = AMg-KY₆₀₀ < SMg-AYY_{HNO3Cl} < SMg-

MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Mg sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Mg miktarının SMg-AYY_{Se}, SMg-KY₉₀₀ ve AMg-KY₆₀₀ yöntemleriyle, en yüksek ortalama yaprak sapı Mg miktarının ise SMg-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Mg değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SMg-AYY_{HNO3Cl} X SMg-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SMg-KY₉₀₀ X SMg-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.181.).

Çizelge 4.181. Yaprak sapı Mg sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SMg-AYY _{HNO3Cl} X SMg-MD _{HNO3}	SMg-AYY _{HNO3Cl} = 0,011 + 1,001·SMg-MD _{HNO3}	0,999**
SMg-AYY _{Se} X SMg-MD _{HNO3}	SMg-AYY _{Se} = 0,019 + 0,999·SMg-MD _{HNO3}	0,999**
SMg-KY ₆₀₀ X SMg-MD _{HNO3}	SMg-KY ₆₀₀ = 0,022 + 1,002·SMg-MD _{HNO3}	0,998**
SMg-KY ₉₀₀ X SMg-MD _{HNO3}	SMg-KY ₉₀₀ = 0,024 + 1,004·SMg-MD _{HNO3}	0,998**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mg değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.182.).

Çizelge 4.182. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Mg)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-Ca (%)
AMg-AYY _{HNO3Cl} / AMg-MD _{HNO3}	0,962	0,415	0,011 ^{öd}
AMg-AYY _{Se} / AMg-MD _{HNO3}	0,897	0,514	0,022 ^{öd}
AMg-KY ₆₀₀ / AMg-MD _{HNO3}	0,689	0,641	0,023 ^{öd}
AMg-KY ₉₀₀ / AMg-MD _{HNO3}	0,874	0,324	0,024 ^{öd}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Mg içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve AAS belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Mg miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.183., Çizelge 4.184. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.183. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Mg / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Mg Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AMg-AYY _{HNO3Cl}	Mg _{ICP}	0,41	0,73	0,58	0,07
	Mg _{AAS}	0,42	0,73	0,58	0,08
AMg-AYY _{Se}	Mg _{ICP}	0,43	0,76	0,59	0,08
	Mg _{AAS}	0,42	0,77	0,58	0,09
AMg-MD _{HNO3}	Mg _{ICP}	0,41	0,74	0,58	0,06
	Mg _{AAS}	0,42	0,73	0,57	0,07
AMg-KY ₆₀₀	Mg _{ICP}	0,40	0,75	0,56	0,08
	Mg _{AAS}	0,41	0,74	0,55	0,07
AMg-KY ₉₀₀	Mg _{ICP}	0,39	0,75	0,57	0,09
	Mg _{AAS}	0,40	0,74	0,56	0,08

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Mg değerleri; AMg-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,41-0,73, Mg_{AAS} metoduyla %0,42-0,73 değerleri arasında, AMg-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,43-0,76, Mg_{AAS} metoduyla %0,42-0,77 değerleri arasında, AMg-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,41-0,74, Mg_{AAS} metoduyla %0,42-0,73 değerleri arasında, AMg-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,40-0,75, Mg_{AAS} metoduyla %0,41-0,74 değerleri arasında ve AMg-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,39-0,75, Mg_{AAS} metoduyla %0,40-0,74 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.183.).

Çizelge 4.184. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Mg / %)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Mg Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SMg-AYY _{HNO3Cl}	Mg _{ICP}	0,73	1,37	1,02	0,16
	Mg _{AAS}	0,72	1,36	1,01	0,15
SMg-AYY _{Se}	Mg _{ICP}	0,73	1,38	1,01	0,15
	Mg _{AAS}	0,72	1,39	1,02	0,14
SMg-MD _{HNO3}	Mg _{ICP}	0,72	1,38	1,03	0,17
	Mg _{AAS}	0,73	1,39	1,03	0,19
SMg-KY ₆₀₀	Mg _{ICP}	0,73	1,36	1,01	0,16
	Mg _{AAS}	0,72	1,35	1,00	0,15
SMg-KY ₉₀₀	Mg _{ICP}	0,72	1,37	1,01	0,17
	Mg _{AAS}	0,72	1,38	1,02	0,18

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Mg değerleri; SMg-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,73-1,37, Mg_{AAS} metoduyla %0,72-1,36 değerleri arasında, SMg-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,73-1,38, Mg_{AAS} metoduyla %0,72-1,39 değerleri arasında, SMg-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,72-1,38, Mg_{AAS} metoduyla %0,73-1,39 değerleri arasında, SMg-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,73-1,36, Mg_{AAS} metoduyla %0,72-1,35 değerleri arasında ve SMg-KY₉₀₀

yakma yöntemiyle: Mg_{ICP} metoduyla %0,72-1,37, Mg_{AAS} metoduyla %0,72-1,38 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.184.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mg miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Mg_{ICP} ve Mg_{AAS} nicel Mg belirleme metotlarının sonucunda bulunan Mg değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin $SMg-MD_{HNO_3} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında, en düşük ilişkinin ise $AMg-KY_{900} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.185.).

Çizelge 4.185. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$AMg-MD_{HNO_3} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 0,001 + 1,002 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$AMg-AYY_{HNO_3Cl} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,008 + 1,003 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$AMg-AYY_{Se} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,011 + 0,999 \cdot Mg_{AAS}$	0,998**
$AMg-KY_{600} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,010 + 1,001 \cdot Mg_{AAS}$	0,998**
$AMg-KY_{900} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,009 + 1,001 \cdot Mg_{AAS}$	0,997**

Çizelge 4.186. Farklı kantitatif Mg analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
$SMg-MD_{HNO_3} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,012 + 0,998 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$SMg-AYY_{HNO_3Cl} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 0,012 + 1,002 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$SMg-AYY_{Se} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 0,008 + 1,008 \cdot Mg_{AAS}$	0,999**
$SMg-KY_{600} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = -0,012 + 0,998 \cdot Mg_{AAS}$	0,998**
$SMg-KY_{900} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$	$Mg_{ICP} = 0,015 + 1,004 \cdot Mg_{AAS}$	0,997**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mg miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Mg_{ICP} ve Mg_{AAS} nicel Mg belirleme metotlarının sonucunda bulunan Mg değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin $SMg-MD_{HNO_3} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında, en düşük ilişkinin ise $SMg-KY_{900} / Mg_{ICP} \times Mg_{AAS}$ metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.186.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mg içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Mg belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Mg değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.187.).

Çizelge 4.187. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mg ve Sap-Mg)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔMg (%)
AMgK-YYY _{HNO3Cl} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,986	0,235	0,005 ^{od}
AMg-YYY _{Se} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,896	0,345	0,011 ^{od}
AMg-MD _{HNO3} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,769	0,452	0,014 ^{od}
AMg-KY ₆₀₀ / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,874	0,248	0,013 ^{od}
AMg-KY ₉₀₀ / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,687	0,155	0,016 ^{od}
SMg-YYY _{HNO3Cl} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,985	0,356	0,008 ^{od}
SMg-YYY _{Se} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	-0,896	0,452	-0,009 ^{od}
SMg-MD _{HNO3} / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	-0,789	0,348	-0,010 ^{od}
SMg-KY ₆₀₀ / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	0,645	0,654	0,009 ^{od}
SMg-KY ₉₀₀ / Mg _{ICP} - Mg _{AAS}	-1,002	0,345	-0,013 ^{od}

4.3.1.7. Demir (Fe):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 2 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin Fe içerikleri belirlenmiş ve bulunan Fe sonuçları Çizelge 4.188., Çizelge 4.191. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.188. Yaprak ayası Fe içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AF _e -YYY _{HNO3Cl}	187,20	898,00	341,72	140,60
AF _e -YYY _{Se}	186,36	899,12	340,76	135,42
AF _e -MD _{HNO3}	187,66	898,56	341,99	141,14
AF _e -KY ₆₀₀	186,12	894,11	340,56	139,56
AF _e -KY ₉₀₀	186,65	896,15	340,65	139,66
AEksFe _{HOAc}	1,77	7,53	3,00	1,13
AEksFe _{HCl}	28,91	95,95	47,06	13,20

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Fe miktarları; AF_e-YYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 187,20-898,00 mg/kg, AF_e-YYY_{Se} yöntemiyle 186,36-899,12 mg/kg, AF_e-MD_{HNO3} yöntemiyle 187,66-898,56 mg/kg, AF_e-KY₆₀₀ yöntemiyle 186,12-894,11 mg/kg, AF_e-KY₉₀₀ yöntemiyle 186,65-896,15 mg/kg, AEksFe_{HOAc} yöntemiyle 1,77-7,53 mg/kg ve AEksFe_{HCl} yöntemiyle ise 28,91-95,95 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama Fe miktarlarına göre yöntemler; AEksFe_{HOAc} < AEksFe_{HCl} < AF_e-KY₆₀₀ < AF_e-KY₉₀₀ < AF_e-YYY_{Se} < AF_e-YYY_{HNO3Cl} < AF_e-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Fe sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Fe miktarının AEksFe_{HOAc}

yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Fe miktarının ise AFe-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Fe değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AFe-AYY_{HNO3Cl} X AFe-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksFe_{HCl} / AFe-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.189.).

Çizelge 4.189. Yaprak ayası Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AFe-AYY _{HNO3Cl} X AFe-MD _{HNO3}	AFe-AYY _{HNO3Cl} = -0,612 + 1,001·AFe-MD _{HNO3}	0,999**
AFe-AYY _{Se} X AFe-MD _{HNO3}	AFe-AYY _{Se} = -0,888 + 0,999·AFe-MD _{HNO3}	0,999**
AFe-KY ₉₀₀ X AFe-MD _{HNO3}	AFe-KY ₉₀₀ = -3,049 + 1,005·AFe-MD _{HNO3}	0,998**
AFe-KY ₆₀₀ X AFe-MD _{HNO3}	AFe-KY ₆₀₀ = -4,8499 + 1,010·AFe-MD _{HNO3}	0,997**
AEksFe _{HOAc} X AFe-MD _{HNO3}	AEksFe _{HOAc} = 1,157 + 0,005·AFe-MD _{HNO3}	0,668**
AEksFe _{HCl} X AFe-MD _{HNO3}	AEksFe _{HCl} = 37,419 + 0,028·AFe-MD _{HNO3}	0,300 ^{sd}

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Fe değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Fe değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.190.).

Çizelge 4.190. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Fe)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Fe (mg/kg)
AFe-AYY _{HNO3Cl} / AFe-MD _{HNO3}	1,007	0,341	0,27 ^{sd}
AFe-AYY _{Se} / AFe-MD _{HNO3}	0,996	0,358	1,23 ^{sd}
AFe-KY ₆₀₀ / AFe-MD _{HNO3}	1,054	0,423	1,34 ^{sd}
AFe-KY ₉₀₀ / AFe-MD _{HNO3}	0,896	0,399	1,43 ^{sd}
AEksFe _{HOAc} / AFe-MD _{HNO3}	14,123	0,000	338,72**
AEksFe _{HCl} / AFe-MD _{HNO3}	12,522	0,000	294,66**

Çizelge 4.191. Yaprak Sapı Fe içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SFe-AYY _{HNO3Cl}	12,76	118,16	34,23	18,84
SFe-AYY _{Se}	11,99	118,96	34,69	17,96
SFe-MD _{HNO3}	12,79	118,25	34,33	18,14
SFe-KY ₆₀₀	12,82	119,12	34,65	19,12
SFe-KY ₉₀₀	12,88	118,78	34,75	18,96

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Fe miktarları; AFe- AYY_{HNO_3Cl} yöntemiyle 12,76-118,16 mg/kg, AFe- AYY_{Se} yöntemiyle 11,99-118,96 mg/kg, AFe- MD_{HNO_3} yöntemiyle 12,79-118,25 mg/kg, AFe- KY_{600} yöntemiyle 12,82-119,12 mg/kg ve AFe- KY_{900} yöntemiyle ise 12,88-118,78 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Fe miktarlarına göre yöntemler; $AFe-AYY_{HNO_3Cl} < AFe-MD_{HNO_3} < AFe-KY_{600} < AFe-AYY_{Se} < AFe-KY_{900}$ olarak sıralanmaktadır. Bulunan Fe sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Fe miktarının AFe- AYY_{HNO_3Cl} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Fe miktarının ise AFe- KY_{900} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Fe değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SFe- AYY_{HNO_3Cl} X SFe- MD_{HNO_3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SFe- KY_{900} X SFe- MD_{HNO_3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.192.).

Çizelge 4.192. Yaprak sapı Fe sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SFe- AYY_{HNO_3Cl} X SFe- MD_{HNO_3}	$SFe-AYY_{HNO_3Cl} = 0,066 + 0,999 \cdot SFe-MD_{HNO_3}$	0,999**
SFe- AYY_{Se} X SFe- MD_{HNO_3}	$SFe-AYY_{Se} = -0,291 + 1,002 \cdot SFe-MD_{HNO_3}$	0,998**
SFe- KY_{600} X SFe- MD_{HNO_3}	$SFe-KY_{600} = -0,183 + 1,004 \cdot SFe-MD_{HNO_3}$	0,998**
SFe- KY_{900} X SFe- MD_{HNO_3}	$SFe-KY_{900} = -0,523 + 0,997 \cdot SFe-MD_{HNO_3}$	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Fe değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.193.).

Çizelge 4.193. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Fe)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Sap-Fe (mg/kg)
AFe- AYY_{HNO_3Cl} / AFe- MD_{HNO_3}	0,965	0,235	0,10 ^{od}
AFe- AYY_{Se} / AFe- MD_{HNO_3}	-0,856	0,125	-0,36 ^{od}
AFe- KY_{600} / AFe- MD_{HNO_3}	-0,769	0,248	-0,32 ^{od}
AFe- KY_{900} / AFe- MD_{HNO_3}	-1,015	0,199	-0,42 ^{od}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içerisinde dolayısıyla örneklerin Fe içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve AAS

belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Fe miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.194., Çizelge 4.195. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.194. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Fe / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Fe Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AF _e -A _{YY} HNO ₃ Cl	Fe _{ICP}	187,20	898,00	341,72	140,60
	Fe _{AAS}	186,30	899,65	342,12	141,23
AF _e -A _{YY} Se	Fe _{ICP}	186,36	899,12	340,76	135,42
	Fe _{AAS}	185,69	898,12	341,23	136,69
AF _e -MD _{HNO3}	Fe _{ICP}	187,66	898,56	341,99	141,14
	Fe _{AAS}	188,13	900,12	342,12	142,86
AF _e -KY ₆₀₀	Fe _{ICP}	186,12	894,11	340,56	139,56
	Fe _{AAS}	186,45	899,96	341,22	140,23
AF _e -KY ₉₀₀	Fe _{ICP}	186,65	896,15	340,65	139,66
	Fe _{AAS}	188,15	898,98	341,11	140,26

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Fe değerleri; AF_e-A_{YY}HNO₃Cl yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 187,20-898,00 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 186,30-899,65 mg/kg değerleri arasında, AF_e-A_{YY}Se yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 186,36-899,12 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 185,69-898,12 mg/kg değerleri arasında, AF_e-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 187,66-898,56 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 188,13-900,12 mg/kg değerleri arasında, AF_e-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 186,12-894,11 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 186,45-899,15 mg/kg değerleri arasında ve AF_e-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 186,65-896,15 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 188,15-898,98 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.194.).

Çizelge 4.195. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Fe / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Fe Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SFe-A _{YY} HNO ₃ Cl	Fe _{ICP}	12,76	118,16	34,23	18,84
	Fe _{AAS}	12,99	119,23	34,55	19,19
SFe-A _{YY} Se	Fe _{ICP}	11,99	118,96	34,69	17,96
	Fe _{AAS}	12,14	117,63	34,96	17,99
SFe-MD _{HNO3}	Fe _{ICP}	12,79	118,25	34,33	18,14
	Fe _{AAS}	12,12	118,45	35,01	18,22
SFe-KY ₆₀₀	Fe _{ICP}	12,82	119,12	34,65	19,12
	Fe _{AAS}	11,99	118,65	34,69	19,33
SFe-KY ₉₀₀	Fe _{ICP}	12,88	118,78	34,75	18,96
	Fe _{AAS}	12,23	117,65	34,88	19,45

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Fe değerleri; SFe- $\text{AYY}_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 12,76-118,16 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 12,99-119,23 mg/kg değerleri arasında, SFe- AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 11,99-118,96 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 12,14-117,63 mg/kg değerleri arasında, SFe- MD_{HNO_3} yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 12,79-118,25 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 12,12-118,45 mg/kg değerleri arasında, SFe- KY_{600} yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 12,82-119,12 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 11,99-118,65 mg/kg değerleri arasında ve SFe- KY_{900} yakma yöntemiyle: Fe_{ICP} metoduyla 12,88-118,78 mg/kg, Fe_{AAS} metoduyla 12,23-117,65 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.195.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Fe miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Fe_{ICP} ve Fe_{AAS} nicel Fe belirleme metotlarının sonucunda bulunan Fe değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SFe- MD_{HNO_3} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AFe- KY_{900} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.196.).

Çizelge 4.196. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AFe- MD_{HNO_3} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -1,084 + 1,002 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
AFe- $\text{AYY}_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,129 + 0,999 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
AFe- AYY_{Se} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = 0,554 + 0,998 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
AFe- KY_{600} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -2,366 + 1,005 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,998**
AFe- KY_{900} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -2,507 + 1,006 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,996**

Çizelge 4.197. Farklı kantitatif Fe analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SFe- MD_{HNO_3} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,285 + 0,999 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
SFe- $\text{AYY}_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,339 + 1,002 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
SFe- AYY_{Se} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,575 + 0,997 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,999**
SFe- KY_{600} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,213 + 1,005 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,997**
SFe- KY_{900} X Fe_{ICP} - Fe_{AAS}	$\text{Fe}_{\text{ICP}} = -0,513 + 1,011 \cdot \text{Fe}_{\text{AAS}}$	0,997**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Fe miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Fe_{ICP} ve Fe_{AAS} nicel Fe belirleme metotlarının sonucunda bulunan Fe değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SFe- MD_{HNO_3} / Fe_{ICP} X Fe_{AAS}

metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SFe-KY₉₀₀ / Fe_{ICP} X Fe_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.197.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Fe içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Fe belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Fe değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.198.).

Çizelge 4.198. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Fe ve Sap-Fe)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔFe (mg/kg)
AFek-YYY _{HNO3Cl} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,023	0,235	-0,40 ^{öd}
AFek-YYY _{Se} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-0,956	0,324	-0,47 ^{öd}
AFek-MD _{HNO3} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-0,867	0,456	-0,13 ^{öd}
AFek-KY ₆₀₀ / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,024	0,125	-0,66 ^{öd}
AFek-KY ₉₀₀ / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,057	0,187	-0,46 ^{öd}
SFe-YYY _{HNO3Cl} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-0,987	0,254	-0,32 ^{öd}
SFe-YYY _{Se} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-0,971	0,178	-0,27 ^{öd}
SFe-MD _{HNO3} / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,023	0,345	-0,68 ^{öd}
SFe-KY ₆₀₀ / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,049	0,456	-0,04 ^{öd}
SFe-KY ₉₀₀ / Fe _{ICP} - Fe _{AAS}	-1,078	0,199	-0,13 ^{öd}

4.3.1.8. Bakır (Cu):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 2 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin Cu içerikleri belirlenmiş ve bulunan Cu sonuçları Çizelge 4.192., Çizelge 4.202. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.192. Yaprak ayası Cu içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
ACu-YYY _{HNO3Cl}	13,65	3672,10	632,18	858,70
ACu-YYY _{Se}	12,65	3695,11	633,23	854,15
ACu-MD _{HNO3}	12,99	3656,56	634,12	856,48
ACu-KY ₆₀₀	13,21	3610,11	631,21	859,36
ACu-KY ₉₀₀	13,45	3655,46	630,78	851,25
AEksCu _{HOAc}	0,65	380,27	70,29	88,33
AEksCu _{HCl}	5,82	1696,50	342,54	424,14

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Cu miktarları; ACu-YYY_{HNO3Cl} yöntemiyle

13,65-3672,10 mg/kg, ACu-AYY_{Se} yöntemiyle 12,65-3695,11 mg/kg, ACu-MD_{HNO3} yöntemiyle 12,99-3656,56 mg/kg, ACu-KY₆₀₀ yöntemiyle 13,21-3610,11 mg/kg, ACu-KY₉₀₀ yöntemiyle 13,45-3655,46 mg/kg, AEksCu_{HOAc} yöntemiyle 0,65-380,27 mg/kg ve AEksCu_{HCl} yöntemiyle ise 5,82-1696,50 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama Cu miktarlarına göre yöntemler; AEksCu_{HOAc} < AEksCu_{HCl} < ACu-KY₉₀₀ < ACu-KY₆₀₀ < ACu-AYY_{HNO3Cl} < ACu-AYY_{Se} < ACu-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Cu sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Cu miktarının AEksCu_{HOAc} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Cu miktarının ise ACu-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin ACu-AYY_{HNO3Cl} X ACu-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksCu_{HCl} X ACu-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.200.).

Çizelge 4.200. Yaprak ayası Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ACu-AYY _{HNO3Cl} X ACu-MD _{HNO3}	ACu-AYY _{HNO3Cl} = 0,111 + 1,005·ACu-MD _{HNO3}	0,999**
ACu-AYY _{Se} X ACu-MD _{HNO3}	ACu-AYY _{Se} = 0,256 + 0,999·ACu-MD _{HNO3}	0,999**
ACu-KY ₉₀₀ X ACu-MD _{HNO3}	ACu-KY ₉₀₀ = 8,617 + 1,009·ACu-MD _{HNO3}	0,999**
ACu-KY ₆₀₀ X ACu-MD _{HNO3}	ACu-KY ₆₀₀ = 10,3153 + 1,011·ACu-MD _{HNO3}	0,998**
AEksCu _{HOAc} X ACu-MD _{HNO3}	AEksCu _{HOAc} = 6,060 + 0,102·ACu-MD _{HNO3}	0,988**
AEksCu _{HCl} X ACu-MD _{HNO3}	AEksCu _{HCl} = 171,256 + 0,271·ACu-MD _{HNO3}	0,549**

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Cu değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Cu değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 ve %95 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.201.).

Çizelge 4.201. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Cu)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Cu (mg/kg)
ACu-AYY _{HNO3Cl} / ACu-MD _{HNO3}	0,546	0,245	1,94 ^{bd}
ACu-AYY _{Se} / ACu-MD _{HNO3}	0,678	0,269	0,89 ^{bd}
ACu-KY ₆₀₀ / ACu-MD _{HNO3}	0,348	0,325	2,91 ^{bd}
ACu-KY ₉₀₀ / ACu-MD _{HNO3}	0,397	0,421	3,34 ^{bd}
AEksCu _{HOAc} / ACu-MD _{HNO3}	4,246	0,000	338,72**
AEksCu _{HCl} / ACu-MD _{HNO3}	2,347	0,025	294,66*

Çizelge 4.202. Yaprak Sapı Cu içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SCu-AYY _{HNO3Cl}	7,35	401,46	74,64	87,73
SCu-AYY _{Se}	7,22	400,11	74,55	88,12
SCu-MD _{HNO3}	7,29	402,15	74,69	87,96
SCu-KY ₆₀₀	7,32	400,01	74,99	88,01
SCu-KY ₉₀₀	7,31	402,33	74,75	88,12

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Cu miktarları; ACu-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 7,35-401,46 mg/kg, ACu-AYY_{Se} yöntemiyle 7,22-400,11 mg/kg, ACu-MD_{HNO3} yöntemiyle 7,29-402,15 mg/kg, ACu-KY₆₀₀ yöntemiyle 7,32-400,01 mg/kg ve ACu-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 7,31-402,33 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Cu miktarlarına göre yöntemler; ACu-AYY_{Se} < ACu-AYY_{HNO3Cl} < ACu-MD_{HNO3} < ACu-KY₉₀₀ < ACu-KY₆₀₀ olarak sıralanmaktadır. Bulunan Cu sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Cu miktarının ACu-AYY_{Se} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Cu miktarının ise ACu-KY₆₀₀ yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCu-AYY_{HNO3Cl} X SCu-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SCu-KY₉₀₀ X SCu-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.203.).

Çizelge 4.203. Yaprak sapı Cu sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SCu-AYY _{HNO3Cl} X SCu-MD _{HNO3}	SCu-AYY _{HNO3Cl} = -0,025 + 0,999•SCu-MD _{HNO3}	0,999**
SCu-AYY _{Se} X SCu-MD _{HNO3}	SCu-AYY _{Se} = 0,364 + 1,003•SCu-MD _{HNO3}	0,999**
SCu-KY ₆₀₀ X SCu-MD _{HNO3}	SCu-KY ₆₀₀ = 0,223 + 1,007•SCu-MD _{HNO3}	0,998**
SCu-KY ₉₀₀ X SCu-MD _{HNO3}	SCu-KY ₉₀₀ = -0,284 + 0,997•SCu-MD _{HNO3}	0,998**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Cu değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.204.).

Çizelge 4.204. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Cu)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Sap-Cu (mg/kg)
ACu-AYY _{HNO3Cl} / ACu-MD _{HNO3}	0,869	0,165	0,05 ^{0d}
ACu-AYY _{Se} / ACu-MD _{HNO3}	0,943	0,155	0,14 ^{0d}
ACu-KY ₆₀₀ / ACu-MD _{HNO3}	-0,564	0,269	-0,30 ^{0d}
ACu-KY ₉₀₀ / ACu-MD _{HNO3}	-0,425	0,245	-0,06 ^{0d}

Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Cu içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve AAS belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Cu miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.205., Çizelge 4.206. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.205. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Cu / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Cu Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
ACu-AYY _{HNO3Cl}	Cu _{ICP}	13,65	3672,10	632,18	858,70
	Cu _{AAS}	12,94	3679,36	633,96	860,63
ACu-AYY _{Se}	Cu _{ICP}	12,65	3695,11	633,23	854,15
	Cu _{AAS}	12,13	3699,46	632,18	856,17
ACu-MD _{HNO3}	Cu _{ICP}	12,99	3656,56	634,12	856,48
	Cu _{AAS}	12,67	3665,99	635,48	855,78
ACu-KY ₆₀₀	Cu _{ICP}	13,21	3610,11	631,21	859,36
	Cu _{AAS}	12,63	3690,14	632,17	860,18
ACu-KY ₉₀₀	Cu _{ICP}	13,45	3655,46	630,78	851,25
	Cu _{AAS}	13,95	3621,98	629,96	849,36

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Cu değerleri; ACu-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 13,65-3672,10 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 12,94-3679,36 mg/kg değerleri arasında, ACu-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 12,65-3695,11 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 12,13-3699,46 mg/kg değerleri arasında, ACu-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 12,99-3656,56 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 12,67-3665,99 mg/kg değerleri arasında, ACu-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 13,21-3610,11 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 12,63-3690,14 mg/kg değerleri arasında ve ACu-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 13,45-3621,98 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 13,95-3621,98 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.205.).

Çizelge 4.206. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Cu / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Cu Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SCu-AYY _{HNO3Cl}	Cu _{ICP}	7,35	401,46	74,64	87,73
	Cu _{AAS}	7,29	402,36	74,96	88,16
SCu-AYY _{Se}	Cu _{ICP}	7,22	400,11	74,55	88,12
	Cu _{AAS}	7,24	401,26	74,69	86,36
SCu-MD _{HNO3}	Cu _{ICP}	7,29	402,15	74,69	87,96
	Cu _{AAS}	7,33	401,26	73,59	87,28
SCu-KY ₆₀₀	Cu _{ICP}	7,32	400,01	74,99	88,01
	Cu _{AAS}	7,30	402,98	75,01	89,12
SCu-KY ₉₀₀	Cu _{ICP}	7,31	402,33	74,75	88,12
	Cu _{AAS}	7,28	401,12	73,59	87,49

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Cu değerleri; ACu-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 7,35-401,46 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 7,29-402,36 mg/kg değerleri arasında, ACu-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 7,22-400,11 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 7,24-401,26 mg/kg değerleri arasında, ACu-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 7,29-402,15 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 7,33-401,26 mg/kg değerleri arasında, ACu-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 7,32-400,01 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 7,30-402,98 mg/kg değerleri arasında ve ACu-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Cu_{ICP} metoduyla 7,31-402,33 mg/kg, Cu_{AAS} metoduyla 7,28-401,12 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.206.).

Kantitatif metotların arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Cu miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Cu_{ICP} ve Cu_{AAS} nicel Cu belirleme metotlarının sonucunda bulunan Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCu-MD_{HNO3} / Cu_{ICP} X Cu_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise ACu-KY₉₀₀ / Cu_{ICP} X Cu_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.207.).

Çizelge 4.207. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
ACu-MD _{HNO3} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -1,146 + 0,999·Cu _{AAS}	0,999**
ACu-AYY _{HNO3Cl} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -1,478 + 1,004·Cu _{AAS}	0,999**
ACu-AYY _{Se} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -5,172 + 1,006·Cu _{AAS}	0,998**
ACu-KY ₆₀₀ / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -2,224 + 1,002·Cu _{AAS}	0,997**
ACu-KY ₉₀₀ / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 2,079 + 0,998·Cu _{AAS}	0,995**

Çizelge 4.208. Farklı kantitatif Cu analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SCu-MD _{HNO3} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -0,769 + 1,006•Cu _{AAS}	0,999**
SCu-AYY _{HNO3Cl} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,084 + 0,997•Cu _{AAS}	0,999**
SCu-AYY _{Se} / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 0,732 + 1,005•Cu _{AAS}	0,998**
SCu-KY ₉₀₀ / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = 1,454 + 0,996•Cu _{AAS}	0,998**
SCu-KY ₆₀₀ / Cu _{ICP} X Cu _{AAS}	Cu _{ICP} = -0,545 + 1,007•Cu _{AAS}	0,996**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Cu miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Cu_{ICP} ve Cu_{AAS} nicel Cu belirleme metotlarının sonucunda bulunan Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SCu-MD_{HNO3} / Cu_{ICP} X Cu_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SCu-KY₉₀₀ / Cu_{ICP} X Cu_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.208.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Cu içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Cu belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Cu değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.209.).

Çizelge 4.209. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Cu ve Sap-Cu)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔCu (mg/kg)
ACuK-AYY _{HNO3Cl} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-0,964	0,231	-1,78 ^{od}
ACu-AYY _{Se} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,864	0,258	1,05 ^{od}
ACu-MD _{HNO3} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-0,647	0,367	-1,36 ^{od}
ACu-KY ₆₀₀ / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-0,999	0,148	-0,96 ^{od}
ACu-KY ₉₀₀ / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	1,022	0,546	0,82 ^{od}
SCu-AYY _{HNO3Cl} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-1,245	0,642	-0,32 ^{od}
SCu-AYY _{Se} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-1,364	0,354	-0,14 ^{od}
SCu-MD _{HNO3} / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,924	0,489	1,10 ^{od}
SCu-KY ₆₀₀ / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	-1,001	0,343	-0,02 ^{od}
SCu-KY ₉₀₀ / Cu _{ICP} - Cu _{AAS}	0,987	0,278	1,16 ^{od}

4.3.1.9. Çinko (Zn):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 2 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin Zn içerikleri belirlenmiş ve bulunan Zn sonuçları Çizelge 4.210., Çizelge 4.213. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.210. Yaprak ayası Zn içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AZn-AYY _{HNO3Cl}	17,36	444,34	95,32	113,64
AZn-AYY _{Se}	16,96	445,12	95,45	112,87
AZn-MD _{HNO3}	16,87	444,96	95,61	111,54
AZn-KY ₆₀₀	17,12	443,67	94,69	113,56
AZn-KY ₉₀₀	17,56	442,69	95,01	110,12
AEksZn _{HOAc}	4,85	101,98	20,61	21,70
AEksZn _{HCl}	2,34	200,68	45,70	45,67

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Zn miktarları; AZn-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 17,36-444,34 mg/kg, AZn-AYY_{Se} yöntemiyle 16,96-445,12 mg/kg, AZn-MD_{HNO3} yöntemiyle 16,87-444,96 mg/kg, AZn-KY₆₀₀ yöntemiyle 17,12-443,67 mg/kg, AZn-KY₉₀₀ yöntemiyle 17,56-442,69 mg/kg, AEksZn_{HOAc} yöntemiyle 4,85-101,98 mg/kg ve AEksZn_{HCl} yöntemiyle ise 2,34-200,68 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama Zn miktarlarına göre yöntemler; AEksZn_{HOAc} < AEksZn_{HCl} < AZn-KY₆₀₀ < AZn-KY₉₀₀ < AZn-AYY_{HNO3Cl} < AZn-AYY_{Se} < AZn-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Zn sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Zn miktarının AEksZn_{HOAc} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Zn miktarının ise AZn-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Zn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AZn-AYY_{HNO3Cl} X AZn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksZn_{HCl} X AZn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.211.).

Çizelge 4.211. Yaprak ayası Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AZn-AYY _{HNO3Cl} X AZn-MD _{HNO3}	$AZn-AYY_{HNO3Cl} = 0,568 + 1,003 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,999**
AZn-AYY _{Se} X AZn-MD _{HNO3}	$AZn-AYY_{Se} = 0,351 + 1,002 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,999**
AZn-KY ₆₀₀ X AZn-MD _{HNO3}	$AZn-KY_{600} = 0,4088 + 0,999 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,998**
AZn-KY ₉₀₀ X AZn-MD _{HNO3}	$AZn-KY_{900} = 0,824 + 0,998 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,998**
AEksZn _{HOAc} X AZn-MD _{HNO3}	$AEksZn_{HOAc} = 6,060 + 0,102 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,886**
AEksZn _{HCl} X AZn-MD _{HNO3}	$AEksZn_{HCl} = 171,256 + 0,271 \cdot AZn-MD_{HNO3}$	0,218 ^{sd}

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Zn değerleri arasındaki farkların tüm yakma

yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Zn değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 ve %95 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.212.).

Çizelge 4.212. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Zn)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	Δ Aya-Zn (mg/kg)
AZn-AYY _{HNO3Cl} / AZn-MD _{HNO3}	0,698	0,256	0,29 ^{ad}
AZn-AYY _{Se} / AZn-MD _{HNO3}	0,745	0,356	0,16 ^{ad}
AZn-KY ₆₀₀ / AZn-MD _{HNO3}	0,648	0,156	0,92 ^{ad}
AZn-KY ₉₀₀ / AZn-MD _{HNO3}	0,598	0,324	0,60 ^{ad}
AEksZn _{HOAc} / AZn-MD _{HNO3}	4,588	0,000	74,71 ^{**}
AEksZn _{HCl} / AZn-MD _{HNO3}	2,564	0,015	49,62 [*]

Çizelge 4.213. Yaprak Sapı Zn içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SZn-AYY _{HNO3Cl}	9,93	70,91	31,17	13,85
SZn-AYY _{Se}	9,69	70,12	31,69	12,36
SZn-MD _{HNO3}	9,56	71,15	32,12	13,57
SZn-KY ₆₀₀	9,99	69,45	30,97	12,97
SZn-KY ₉₀₀	9,56	68,96	30,96	13,08

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Zn miktarları; AZn-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 9,93-70,91 mg/kg, AZn-AYY_{Se} yöntemiyle 9,69-70,12 mg/kg, AZn-MD_{HNO3} yöntemiyle 9,56-71,15 mg/kg, AZn-KY₆₀₀ yöntemiyle 9,99-69,45 mg/kg ve AZn-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 9,56-68,96 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Zn miktarlarına göre yöntemler; AZn-KY₉₀₀ < AZn-KY₆₀₀ < AZn-AYY_{HNO3Cl} < AZn-AYY_{Se} < AZn-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan Zn sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Zn miktarının AZn-KY₉₀₀ yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Zn miktarının ise AZn-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SZn-AYY_{Se} X SZn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SZn-KY₉₀₀ X SZn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.214.).

Çizelge 4.214. Yaprak sapı Zn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SZn-AYY _{Se} X SZn-MD _{HNO3}	SZn-AYY _{Se} = 0,590 + 1,005·SZn-MD _{HNO3}	0,999**
SZn-AYY _{HNO3Cl} X SZn-MD _{HNO3}	SZn-AYY _{HNO3Cl} = 0,886 + 0,998·SZn-MD _{HNO3}	0,999**
SZn-KY ₆₀₀ X SZn-MD _{HNO3}	SZn-KY ₆₀₀ = 1,086 + 0,998·SZn-MD _{HNO3}	0,997**
SZn-KY ₉₀₀ X SZn-MD _{HNO3}	SZn-KY ₉₀₀ = 1,064 + 0,997·SZn-MD _{HNO3}	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Zn değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.215.).

Çizelge 4.215. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Zn)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-Zn (mg/kg)
AZn-AYY _{HNO3Cl} / AZn-MD _{HNO3}	0,987	0,235	0,95 ^{öd}
AZn-AYY _{Se} / AZn-MD _{HNO3}	0,689	0,354	0,43 ^{öd}
AZn-KY ₆₀₀ / AZn-MD _{HNO3}	0,845	0,268	1,15 ^{öd}
AZn-KY ₉₀₀ / AZn-MD _{HNO3}	1,005	0,364	1,16 ^{öd}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Zn içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve AAS belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Zn miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.216., Çizelge 4.217. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.216. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Zn / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Zn Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AZn-AYY _{HNO3Cl}	Zn _{ICP}	17,36	444,34	95,32	113,64
	Zn _{AAS}	16,15	445,69	96,12	113,99
AZn-AYY _{Se}	Zn _{ICP}	16,96	445,12	95,45	112,87
	Zn _{AAS}	17,36	447,45	96,21	112,97
AZn-MD _{HNO3}	Zn _{ICP}	16,87	444,96	95,61	111,54
	Zn _{AAS}	15,45	447,12	96,67	112,01
AZn-KY ₆₀₀	Zn _{ICP}	17,12	443,67	94,69	113,56
	Zn _{AAS}	16,45	442,15	94,12	113,12
AZn-KY ₉₀₀	Zn _{ICP}	17,56	442,69	95,01	110,12
	Zn _{AAS}	16,47	441,12	94,78	109,46

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Zn değerleri; AZn-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 17,36-444,34 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 16,15-445,69 mg/kg değerleri arasında, AZn-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 16,96-445,12 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 17,36-447,35 mg/kg değerleri arasında, AZn-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 16,87-444,96 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 15,45-447,12 mg/kg değerleri arasında, AZn-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 17,12-443,67 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 16,45-442,15 mg/kg değerleri arasında ve AZn-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 17,56-442,69 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 16,47-441,12 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.216.).

Çizelge 4.217. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Zn / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Zn Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SZn-AYY _{HNO3Cl}	Zn _{ICP}	9,93	70,91	31,17	13,85
	Zn _{AAS}	9,60	71,65	31,45	13,65
SZn-AYY _{Se}	Zn _{ICP}	9,69	70,12	31,69	12,36
	Zn _{AAS}	9,96	71,42	31,99	12,65
SZn-MD _{HNO3}	Zn _{ICP}	9,56	71,15	32,12	13,57
	Zn _{AAS}	9,45	70,05	32,01	13,45
SZn-KY ₆₀₀	Zn _{ICP}	9,99	69,45	30,97	12,97
	Zn _{AAS}	9,55	70,45	31,15	12,65
SZn-KY ₉₀₀	Zn _{ICP}	9,56	68,96	30,96	13,08
	Zn _{AAS}	9,65	71,05	30,25	13,66

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Zn değerleri; AZn-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 9,93-70,91 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 9,60-71,65 mg/kg değerleri arasında, AZn-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 9,69-70,12 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 9,96-71,42 mg/kg değerleri arasında, AZn-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 9,56-71,15 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 9,45-70,05 mg/kg değerleri arasında, AZn-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 9,99-69,45 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 9,55-70,45 mg/kg değerleri arasında ve AZn-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Zn_{ICP} metoduyla 9,56-68,96 mg/kg, Zn_{AAS} metoduyla 9,65-71,05 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.217.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Zn miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Zn_{ICP} ve Zn_{AAS} nicel Zn belirleme metotlarının sonucunda bulunan Zn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SZn-MD_{HNO3} / Zn_{ICP} X Zn_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AZn-KY₉₀₀ / Zn_{ICP} X Zn_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.218.).

Çizelge 4.218. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AZn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -1,280 + 1,005·Zn _{AAS}	0,999**
AZn-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,663 + 0,999·Zn _{AAS}	0,999**
AZn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -1,640 + 1,006·Zn _{AAS}	0,999**
AZn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,182 + 1,008·Zn _{AAS}	0,998**
AZn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,243 + 1,005·Zn _{AAS}	0,997**

Çizelge 4.219. Farklı kantitatif Zn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SZn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,468 + 1,006·Zn _{AAS}	0,999**
SZn-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,523 + 1,007·Zn _{AAS}	0,999**
SZn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = 0,045 + 1,002·Zn _{AAS}	0,999**
SZn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = -0,273 + 1,003·Zn _{AAS}	0,998**
SZn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} X Zn _{AAS}	Zn _{ICP} = 0,619 + 1,003·Zn _{AAS}	0,998**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Zn miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Zn_{ICP} ve Zn_{AAS} nicel Zn belirleme metotlarının sonucunda bulunan Zn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SZn-MD_{HNO3} / Zn_{ICP} X Zn_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SZn-KY₉₀₀ / Zn_{ICP} X Zn_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.219.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Zn içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Zn belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Zn değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.220.).

Çizelge 4.220. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Zn ve Sap-Zn)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔZn (mg/kg)
AZnK-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,756	0,231	-0,80 ^{öd}
AZn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,879	0,156	-0,76 ^{öd}
AZn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,795	0,247	-1,06 ^{öd}
AZn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	0,792	0,189	0,57 ^{öd}
AZn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	1,023	0,324	0,23 ^{öd}
SZn-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,972	0,237	-0,28 ^{öd}
SZn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-1,126	0,279	-0,30 ^{öd}
SZn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	0,654	0,134	0,11 ^{öd}
SZn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,932	0,346	-0,18 ^{öd}
SZn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	1,242	0,248	0,71 ^{öd}

4.3.1.10. Mangan (Mn):

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı yakma ve 2 farklı ekstraksiyon yöntemi uygulanarak ve yaprak sapı örneklerinde ise 5 farklı yakma yöntemi uygulanarak örneklerinin Mn içerikleri belirlenmiş ve bulunan Mn sonuçları Çizelge 4.221., Çizelge 4.224. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.221. Yaprak ayası Mn içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AMn-AYY _{HNO3Cl}	37,84	186,50	102,07	40,77
AMn-AYY _{Se}	36,15	188,15	103,12	41,22
AMn-MD _{HNO3}	36,13	187,12	102,55	40,99
AMn-KY ₆₀₀	36,55	186,99	102,25	39,28
AMn-KY ₉₀₀	37,01	186,12	103,45	42,31
AEksMn _{HOAc}	15,31	77,57	38,68	15,87
AEksMn _{HCl}	25,93	115,90	60,87	24,27

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mn miktarları; AMn-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 37,84-186,50 mg/kg, AMn-AYY_{Se} yöntemiyle 36,15-188,15 mg/kg, AMn-MD_{HNO3} yöntemiyle 36,13-187,13 mg/kg, AMn-KY₆₀₀ yöntemiyle 36,55-186,99 mg/kg, AMn-KY₉₀₀ yöntemiyle 37,01-186,12 mg/kg, AEksMn_{HOAc} yöntemiyle 15,31-77,57 mg/kg ve AEksMn_{HCl} yöntemiyle ise 25,93-115,90 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama Mn miktarlarına göre yöntemler; AEksMn_{HOAc} < AEksMn_{HCl} < AMn-AYY_{HNO3Cl} < AMn-KY₆₀₀ < AMn-MD_{HNO3} < AMn-AYY_{Se} < AMn-KY₉₀₀ olarak sıralanmaktadır. Bulunan Mn sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası Mn miktarının AEksMn_{HOAc} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Zn miktarının ise AMn-KY₉₀₀ yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası Mn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AMn-AYY_{HNO3Cl} X AMn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AEksMn_{HCl} X AMn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.222.).

Çizelge 4.222. Yaprak ayası Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AMn-AYY _{HNO3Cl} X AMn-MD _{HNO3}	AMn-AYY _{HNO3Cl} = 0,992 + 1,005*AMn-MD _{HNO3}	0,999**
AMn-AYY _{Se} X AMn-MD _{HNO3}	AMn-AYY _{Se} = -0,160 + 1,004*AMn-MD _{HNO3}	0,999**
AMn-KY ₆₀₀ X AMn-MD _{HNO3}	AMn-KY ₆₀₀ = 0,095 + 0,998*AMn-MD _{HNO3}	0,999**
AMn-KY ₉₀₀ X AMn-MD _{HNO3}	AMn-KY ₉₀₀ = -1,208 + 0,997*AMn-MD _{HNO3}	0,997**
AEksMn _{HOAc} X AMn-MD _{HNO3}	AEksMn _{HOAc} = 2,607 + 0,353*AMn-MD _{HNO3}	0,908**
AEksMn _{HCl} X AMn-MD _{HNO3}	AEksMn _{HCl} = 50,222 + 0,104*AMn-MD _{HNO3}	0,175 ^{0d}

Çalışmada kullanılan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mn değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz, ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile bulunan Mn değerleri arasındaki farkların ise istatistiki yönden %99 seviyesinde önemli bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.223.).

Çizelge 4.223. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mn)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-Mn (mg/kg)
AMn-AYY _{HNO3Cl} / AMn-MD _{HNO3}	1,001	0,312	0,48 ^{0d}
AMn-AYY _{Se} / AMn-MD _{HNO3}	-0,987	0,298	-0,57 ^{0d}
AMn-KY ₆₀₀ / AMn-MD _{HNO3}	1,022	0,435	0,30 ^{0d}
AMn-KY ₉₀₀ / AMn-MD _{HNO3}	-1,154	0,241	-0,90 ^{0d}
AEksMn _{HOAc} / AMn-MD _{HNO3}	13,595	0,000	63,39**
AEksMn _{HCl} / AMn-MD _{HNO3}	5,505	0,000	41,20**

Çizelge 4.224. Yaprak Sapı Mn içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SMn-AYY _{HNO3Cl}	8,08	82,79	27,27	15,96
SMn-AYY _{Se}	8,02	82,01	27,17	16,01
SMn-MD _{HNO3}	7,94	83,25	27,25	15,46
SMn-KY ₆₀₀	8,15	83,65	27,33	15,75
SMn-KY ₉₀₀	7,98	82,56	27,09	15,15

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mn miktarları; AMn-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 8,08-82,79 mg/kg, AMn-AYY_{Se} yöntemiyle 8,02-82,01 mg/kg, AMn-MD_{HNO3} yöntemiyle 7,94-83,25 mg/kg, AMn-KY₆₀₀ yöntemiyle 8,15-83,65 mg/kg ve AMn-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 7,98-82,56 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama Mn miktarlarına göre yöntemler; AMn-KY₉₀₀ < AMn-AYY_{Se} < AMn-MD_{HNO3} < AMn-AYY_{HNO3Cl} < AMn-KY₆₀₀ olarak

sıralanmaktadır. Bulunan Mn sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak sapı Mn miktarının AMn-KY₉₀₀ yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası Mn miktarının ise AMn-KY₆₀₀ yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı Cu değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SMn-AYY_{Se} X SMn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SMn-KY₉₀₀ X SMn-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.225.).

Çizelge 4.225. Yaprak sapı Mn sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SMn-AYY _{Se} X SMn-MD _{HNO3}	SMn-AYY _{Se} = 0,007 + 1,001·SMn-MD _{HNO3}	0,999**
SMn-AYY _{HNO3Cl} X SMn-MD _{HNO3}	SMn-AYY _{HNO3Cl} = 0,162 + 1,003·SMn-MD _{HNO3}	0,999**
SMn-KY ₆₀₀ X SMn-MD _{HNO3}	SMn-KY ₆₀₀ = -0,026 + 1,002·SMn-MD _{HNO3}	0,998**
SMn-KY ₉₀₀ X SMn-MD _{HNO3}	SMn-KY ₉₀₀ = 0,269 + 1,004·SMn-MD _{HNO3}	0,998**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan Mn değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.226.).

Çizelge 4.226. Eşli-t testi sonuçları (Sap-Mn)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-Mn (mg/kg)
AMn-AYY _{HNO3Cl} / AMn-MD _{HNO3}	-0,984	0,345	-0,02 ^{od}
AMn-AYY _{Se} / AMn-MD _{HNO3}	0,879	0,456	0,08 ^{od}
AMn-KY ₆₀₀ / AMn-MD _{HNO3}	-1,008	0,354	-0,08 ^{od}
AMn-KY ₉₀₀ / AMn-MD _{HNO3}	0,988	0,259	0,16 ^{od}

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin Mn içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve AAS belirleme metotları olmak üzere iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan Zn miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.227., Çizelge 4.228. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.227. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-Mn / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Mn Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AMn-AYY _{HNO3Cl}	Mn _{ICP}	37,84	186,50	102,07	40,77
	Mn _{AAS}	37,15	186,65	102,25	41,57
AMn-AYY _{Se}	Mn _{ICP}	36,15	188,15	103,12	41,22
	Mn _{AAS}	35,46	188,79	103,97	42,15
AMn-MD _{HNO3}	Mn _{ICP}	36,13	187,12	102,55	40,99
	Mn _{AAS}	36,79	186,75	101,26	40,16
AMn-KY ₆₀₀	Mn _{ICP}	36,55	186,99	102,25	39,28
	Mn _{AAS}	35,78	187,89	103,47	40,16
AMn-KY ₉₀₀	Mn _{ICP}	37,01	186,12	103,45	42,31
	Mn _{AAS}	37,46	187,03	104,78	41,78

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Mn değerleri; AMn-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 37,84-186,50 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 37,15-186,15 mg/kg değerleri arasında, AMn-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 36,15-188,15 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 35,46-188,79 mg/kg değerleri arasında, AMn-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 36,13-187,12 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 36,79-186,75 mg/kg değerleri arasında, AMn-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 36,55-186,99 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 35,78-187,89 mg/kg değerleri arasında ve AMn-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 37,01-186,12 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 37,46-187,03 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.227.).

Çizelge 4.228. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-Mn / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif Mn Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SMn-AYY _{HNO3Cl}	Mn _{ICP}	8,08	82,79	27,27	15,96
	Mn _{AAS}	7,89	82,55	27,37	14,15
SMn-AYY _{Se}	Mn _{ICP}	8,02	82,01	27,17	16,01
	Mn _{AAS}	8,16	82,97	27,42	15,48
SMn-MD _{HNO3}	Mn _{ICP}	7,94	83,25	27,25	15,46
	Mn _{AAS}	7,65	83,55	27,33	16,24
SMn-KY ₆₀₀	Mn _{ICP}	8,15	83,65	27,33	15,75
	Mn _{AAS}	8,01	82,47	27,12	15,47
SMn-KY ₉₀₀	Mn _{ICP}	7,98	82,56	27,09	15,15
	Mn _{AAS}	7,89	83,47	27,47	15,97

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan Mn değerleri; AMn-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 8,08-82,79 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 7,89-82,55 mg/kg değerleri arasında, AMn-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 8,02-82,01 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 8,16-82,97 mg/kg değerleri arasında, AMn-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 7,94-83,25 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 7,65-83,55 mg/kg değerleri

arasında, AMn-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 8,15-83,65 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 8,01-82,47 mg/kg değerleri arasında ve AMn-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: Mn_{ICP} metoduyla 7,98-82,56 mg/kg, Mn_{AAS} metoduyla 7,89-83,47 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.228.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mn miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Mn_{ICP} ve Mn_{AAS} nicel Mn belirleme metotlarının sonucunda bulunan Mn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SMn-MD_{HNO3} / Mn_{ICP} X Mn_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AMn-KY₉₀₀ / Mn_{ICP} X Mn_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.229.).

Çizelge 4.229. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AMn-MD _{HNO3} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -0,589 + 1,004•Mn _{AAS}	0,999**
AMn-AYY _{HNO3Cl} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -1,578 + 1,007•Mn _{AAS}	0,998**
AMn-KY ₆₀₀ / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -1,427 + 1,002•Mn _{AAS}	0,997**
AMn-AYY _{Se} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = 0,885 + 1,004•Mn _{AAS}	0,998**
AMn-KY ₉₀₀ / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -1,854 + 1,005•Mn _{AAS}	0,996**

Çizelge 4.230. Farklı kantitatif Mn analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SMn-MD _{HNO3} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -0,045 + 0,998•Mn _{AAS}	0,999**
SMn-AYY _{Se} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -0,107 + 1,001•Mn _{AAS}	0,998**
SMn-KY ₆₀₀ / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = 0,102 + 1,004•Mn _{AAS}	0,997**
SMn-KY ₉₀₀ / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -0,517 + 1,005•Mn _{AAS}	0,997**
SMn-AYY _{HNO3Cl} / Mn _{ICP} X Mn _{AAS}	Mn _{ICP} = -0,168 + 0,997•Mn _{AAS}	0,999**

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mn miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan Mn_{ICP} ve Mn_{AAS} nicel Mn belirleme metotlarının sonucunda bulunan Mn değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SMn-MD_{HNO3} / Mn_{ICP} X Mn_{AAS} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SMn-AYY_{HNO3Cl} / Mn_{ICP} X Mn_{AAS} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.230.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Mn içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel Mn

belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan Mn değerleri arasındaki farkların istatistikî yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.231.).

Çizelge 4.231. Eşli-t testi sonuçları (Aya-Mn ve Sap-Mn)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	Δ Mn (mg/kg)
AMnK-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,874	0,258	-0,18 ^{öd}
AMn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,798	0,347	-0,85 ^{öd}
AMn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	1,024	0,298	1,29 ^{öd}
AMn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-1,147	0,423	-1,22 ^{öd}
AMn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-1,002	0,363	-1,33 ^{öd}
SMn-AYY _{HNO3Cl} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,879	0,214	-0,10 ^{öd}
SMn-AYY _{Se} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,781	0,246	-0,25 ^{öd}
SMn-MD _{HNO3} / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,647	0,237	-0,08 ^{öd}
SMn-KY ₆₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	0,935	0,326	0,21 ^{öd}
SMn-KY ₉₀₀ / Zn _{ICP} - Zn _{AAS}	-0,999	0,298	-0,38 ^{öd}

4.3.1.11. Bor (B):

Yaprak ayası örneklerinin B içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 5 farklı yakma yöntemi uygulanmış ve bulunan B sonuçları Çizelge 4.232., Çizelge 4.235. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.232. Yaprak ayası B içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AB-AYY _{HNO3Cl}	58,21	240,17	92,41	41,42
AB-AYY _{Se}	57,66	239,61	92,13	40,12
AB-MD _{HNO3}	57,89	240,55	92,89	41,24
AB-KY ₆₀₀	57,76	241,26	91,67	39,99
AB-KY ₉₀₀	58,66	242,06	92,01	40,28

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan B miktarları; AB-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 58,21-240,17 mg/kg, AB-AYY_{Se} yöntemiyle 57,66-239,61 mg/kg, AB-MD_{HNO3} yöntemiyle 57,89-240,55 mg/kg, AB-KY₆₀₀ yöntemiyle 57,76-241,26 mg/kg ve AB-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 58,66-242,06 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama B miktarlarına göre yöntemler; AB-KY₆₀₀ < AB-KY₉₀₀ < AB-AYY_{Se} < AB-AYY_{HNO3Cl} < AB-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan B sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası B miktarının AB-

KY₆₀₀ yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası B miktarının ise AB-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası B değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AB-AYY_{HNO3Cl} / AB-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AB-KY₉₀₀ / AB-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.233.).

Çizelge 4.233. Yaprak ayası B sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AB-AYY _{HNO3Cl} X AB-MD _{HNO3}	AB-AYY _{HNO3Cl} = 0,573 + 1,005 · AB-MD _{HNO3}	0,999**
AB-AYY _{Se} X AB-MD _{HNO3}	AB-AYY _{Se} = 1,039 + 1,003 · AB-MD _{HNO3}	0,999**
AB-KY ₆₀₀ X AB-MD _{HNO3}	AB-KY ₆₀₀ = 1,034 + 0,998 · AB-MD _{HNO3}	0,998**
AB-KY ₉₀₀ X AB-MD _{HNO3}	AB-KY ₉₀₀ = 0,973 + 1,001 · AB-MD _{HNO3}	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan B değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.234.).

Çizelge 4.234. Eşli-t testi sonuçları (Aya-B)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-B (mg/kg)
AB-AYY _{HNO3Cl} / AB-MD _{HNO3}	0,465	0,121	0,48 ^{od}
AB-AYY _{Se} / AB-MD _{HNO3}	0,347	0,101	0,76 ^{od}
AB-KY ₆₀₀ / AB-MD _{HNO3}	0,322	0,099	1,22 ^{od}
AB-KY ₉₀₀ / AB-MD _{HNO3}	0,433	0,098	0,88 ^{od}

Çizelge 4.235. Yaprak sapı B içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SB-AYY _{HNO3Cl}	49,61	168,12	85,93	23,90
SB-AYY _{Se}	48,98	167,56	84,22	24,06
SB-MD _{HNO3}	49,13	167,69	85,55	23,79
SB-KY ₆₀₀	49,22	168,55	84,99	24,55
SB-KY ₉₀₀	49,06	168,69	85,02	24,62

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan B miktarları; SB-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle 49,61-168,12 mg/kg, SB-AYY_{Se} yöntemiyle 48,98-167,56 mg/kg, SB-MD_{HNO3} yöntemiyle 49,13-167,69

mg/kg, SB-KY₆₀₀ yöntemiyle 49,22-168,55 mg/kg ve SB-KY₉₀₀ yöntemiyle ise 49,06-168,69 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemleriyle bulunan ortalama B miktarlarına göre yöntemler; SB-AYY_{Se} < SB-KY₆₀₀ < SB-KY₉₀₀ < SB-MD_{HNO3} < SB-AYY_{HNO3Cl} olarak sıralanmaktadır. Bulunan B sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası B miktarının SB-AYY_{Se} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası B miktarının ise SB-AYY_{HNO3Cl} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı B değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SB-AYY_{HNO3Cl} X SB-MD_{HNO3} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SP-KY₆₀₀ X SP-MD_{HNO3} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.236.).

Çizelge 4.236. Yaprak sapı B sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SB-AYY _{HNO3Cl} X SB-MD _{HNO3}	SB-AYY _{HNO3Cl} = -0,466 + 0,999*SB-MD _{HNO3}	0,999**
SB-AYY _{Se} X SB-MD _{HNO3}	SB-AYY _{Se} = 1,501 + 1,002*SB-MD _{HNO3}	0,998**
SB-KY ₉₀₀ X SB-MD _{HNO3}	SB-KY ₉₀₀ = 0,646 + 1,001*SB-MD _{HNO3}	0,998**
SB-KY ₆₀₀ X SB-MD _{HNO3}	SB-KY ₆₀₀ = 0,359 + 0,998*SB-MD _{HNO3}	0,998**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan B değerleri arasındaki farkların tüm yakma yöntemleri arasında önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.237.).

Çizelge 4.237. Eşli-t testi sonuçları (Sap-B)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-B (mg/kg)
AB-AYY _{HNO3Cl} / AB-MD _{HNO3}	0,469	0,123	-0,38 ^{öd}
AB-AYY _{Se} / AB-MD _{HNO3}	0,515	0,099	1,33 ^{öd}
AB-KY ₆₀₀ / AB-MD _{HNO3}	0,617	0,107	0,56 ^{öd}
AB-KY ₉₀₀ / AB-MD _{HNO3}	0,409	0,167	0,53 ^{öd}

Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin B içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve Spektrofotometrik B belirleme metotları olmak üzere toplam beş farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel

belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan B miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.238., Çizelge 4.239. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.238. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-B / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif B Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AB-AYY _{HNO3Cl}	B _{ICP}	58,21	240,17	92,41	41,42
	B _{AH}	58,12	241,66	92,66	40,13
	B _K	58,66	242,27	92,02	42,18
	B _D	57,66	240,97	91,89	43,10
	B _Q	57,39	240,33	93,08	42,79
AB-AYY _{Se}	B _{ICP}	57,66	239,61	92,13	40,12
	B _{AH}	58,01	240,79	92,87	41,29
	B _K	58,19	238,69	92,55	41,66
	B _D	58,79	241,17	91,42	42,07
	B _Q	57,19	240,66	93,07	43,08
AB-MD _{HNO3}	B _{ICP}	57,89	240,55	92,89	41,24
	B _{AH}	58,19	241,23	93,14	42,01
	B _K	58,66	239,78	93,01	40,78
	B _D	57,58	238,46	92,66	41,66
	B _Q	57,64	240,02	92,18	41,97
AB-KY ₆₀₀	B _{ICP}	57,76	241,26	91,67	39,99
	B _{AH}	58,49	240,79	92,48	40,19
	B _K	58,37	239,78	91,97	41,07
	B _D	58,19	242,66	93,07	40,66
	B _Q	58,66	242,09	91,91	40,37
AB-KY ₉₀₀	B _{ICP}	58,66	242,06	92,01	40,28
	B _{AH}	57,68	243,18	92,87	41,27
	B _K	57,46	241,79	93,07	40,18
	B _D	57,97	240,63	91,66	41,97
	B _Q	58,29	241,76	92,28	41,67

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan B değerleri; AB-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 58,21-240,17 mg/kg, B_{AH} metoduyla 58,12-241,66 mg/kg, B_K metoduyla 58,66-242,27 mg/kg, B_D metoduyla 57,66-240,97 mg/kg ve B_Q metoduyla 57,39-240,33 mg/kg değerleri arasında, AB-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 57,66-239,61 mg/kg, B_{AH} metoduyla 58,01-240,79 mg/kg, B_K metoduyla 58,19-238,69 mg/kg, B_D metoduyla 58,79-241,17 mg/kg ve B_Q metoduyla 57,19-240,66 mg/kg değerleri arasında, AB-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 57,89-240,55 mg/kg, B_{AH} metoduyla 58,19-241,23 mg/kg, B_K metoduyla 58,66-239,78 mg/kg, B_D metoduyla 57,58-238,46 mg/kg ve B_Q metoduyla 57,64-240,02 mg/kg değerleri arasında, AB-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 57,76-241,26 mg/kg, B_{AH} metoduyla 58,49-240,79 mg/kg, B_K metoduyla 58,37-239,78 mg/kg, B_D metoduyla 58,19-242,66 mg/kg ve B_Q metoduyla 58,66-242,09 mg/kg değerleri arasında ve AB-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 58,66-242,06 mg/kg, B_{AH} metoduyla 57,68-243,18 mg/kg, B_K metoduyla 57,46-241,79 mg/kg, B_D metoduyla 57,97-240,63

mg/kg ve B_Q metoduyla 58,29-241,76 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.238.).

Çizelge 4.239. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-B / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif B Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SB-AYY _{HNO3Cl}	B _{ICP}	49,61	168,12	85,93	23,90
	B _{AH}	48,12	169,22	86,17	24,56
	B _K	48,66	167,46	86,47	24,79
	B _D	48,22	169,47	86,97	24,13
	B _Q	49,23	169,67	86,41	23,97
SB-AYY _{Se}	B _{ICP}	48,98	167,56	84,22	24,06
	B _{AH}	49,02	168,46	85,19	24,57
	B _K	49,33	168,97	85,01	24,69
	B _D	49,66	167,02	84,66	24,05
	B _Q	49,43	167,36	84,71	24,19
SB-MD _{HNO3}	B _{ICP}	49,13	167,69	85,55	23,79
	B _{AH}	48,66	168,63	84,33	24,69
	B _K	48,27	168,74	85,12	25,01
	B _D	49,25	169,14	85,01	23,17
	B _Q	50,12	167,12	86,17	23,19
SB-KY ₆₀₀	B _{ICP}	49,22	168,55	84,99	24,55
	B _{AH}	50,22	169,74	85,99	25,49
	B _K	50,33	169,55	83,47	25,79
	B _D	48,29	168,17	83,67	24,33
	B _Q	43,07	167,91	85,16	26,03
SB-KY ₉₀₀	B _{ICP}	49,06	168,69	85,02	24,62
	B _{AH}	50,77	170,12	85,93	24,17
	B _K	50,49	170,67	84,67	24,33
	B _D	50,66	169,12	84,39	25,09
	B _Q	50,78	169,67	85,86	25,46

Yaprak ayası örneklerinde 5 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan B değerleri; SB-AYY_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 49,61-168,12 mg/kg, B_{AH} metoduyla 48,12-169,22 mg/kg, B_K metoduyla 48,66-167,46 mg/kg, B_D metoduyla 48,22-169,47 mg/kg ve B_Q metoduyla 49,23-169,67 mg/kg değerleri arasında, SB-AYY_{Se} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 48,98-167,56 mg/kg, B_{AH} metoduyla 49,02-168,46 mg/kg, B_K metoduyla 49,33-168,97 mg/kg, B_D metoduyla 49,66-167,02 mg/kg ve B_Q metoduyla 49,43-167,36 mg/kg değerleri arasında, SB-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 49,13-167,69 mg/kg, B_{AH} metoduyla 48,66-168,63 mg/kg, B_K metoduyla 48,27-168,74 mg/kg, B_D metoduyla 49,25-169,14 mg/kg ve B_Q metoduyla 50,12-167,12 mg/kg değerleri arasında, SB-KY₆₀₀ yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 49,22-168,55 mg/kg, B_{AH} metoduyla 50,22-169,74 mg/kg, B_K metoduyla 50,33-169,55 mg/kg, B_D metoduyla 48,29-168,17 mg/kg ve B_Q metoduyla 43,07-167,91 mg/kg değerleri arasında ve SB-KY₉₀₀ yakma yöntemiyle: B_{ICP} metoduyla 49,06-168,69 mg/kg, B_{AH} metoduyla 50,77-170,12 mg/kg, B_K metoduyla 50,49-170,67 mg/kg, B_D metoduyla 50,66-169,12

mg/kg ve B_Q metoduyla 50,78-169,67 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.239.).

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan B miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan B_{ICP} , B_{AH} , B_K , B_D ve B_Q nicel B belirleme metotlarının sonucunda bulunan B değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AB-MD_{HNO3} / B_{ICP} X B_{AH} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AB-KY₉₀₀ / B_{ICP} X B_D metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.240.).

Çizelge 4.240. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AB-AYY _{HNO3Cl} / B_{ICP} X B_K X B_D X B_Q	$B_{ICP} = -0,065 + 0,998 \cdot B_{AH}$	0,998**
	$B_{ICP} = 0,114 + 1,003 \cdot B_K$	0,996**
	$B_{ICP} = 0,796 + 0,997 \cdot B_D$	0,996**
	$B_{ICP} = -1,042 + 1,004 \cdot B_Q$	0,996**
AB-AYY _{Se} / B_{ICP} X B_K X B_D X B_Q	$B_{ICP} = -1,297 + 1,006 \cdot B_{AH}$	0,997**
	$B_{ICP} = -0,605 + 1,007 \cdot B_K$	0,996**
	$B_{ICP} = 0,070 + 1,007 \cdot B_D$	0,996**
	$B_{ICP} = -0,661 + 0,997 \cdot B_Q$	0,995**
AB-MD _{HNO3} / B_{ICP} X B_K X B_D X B_Q	$B_{ICP} = -0,436 + 1,002 \cdot B_{AH}$	0,999**
	$B_{ICP} = -0,771 + 1,007 \cdot B_K$	0,998**
	$B_{ICP} = -0,697 + 1,010 \cdot B_D$	0,998**
	$B_{ICP} = 1,078 + 0,996 \cdot B_Q$	0,998**
AB-KY ₆₀₀ / B_{ICP} X B_K X B_D X B_Q	$B_{ICP} = -1,272 + 1,005 \cdot B_{AH}$	0,997**
	$B_{ICP} = -0,852 + 1,006 \cdot B_K$	0,996**
	$B_{ICP} = -1,219 + 0,998 \cdot B_D$	0,996**
	$B_{ICP} = -0,148 + 0,999 \cdot B_Q$	0,997**
AB-KY ₉₀₀ / B_{ICP} X B_K X B_D X B_Q	$B_{ICP} = -1,882 + 1,011 \cdot B_{AH}$	0,997**
	$B_{ICP} = -1,712 + 1,007 \cdot B_K$	0,997**
	$B_{ICP} = 0,717 + 0,996 \cdot B_D$	0,994**
	$B_{ICP} = -0,085 + 0,998 \cdot B_Q$	0,997**

Çizelge 4.241. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SB-YYY _{HNO3Cl} / B _{ICP} X B _K X B _D X B _Q	B _{ICP} = -0,412 + 1,002·B _{AH}	0,998
	B _{ICP} = -0,367 + 0,998·B _K	0,997
	B _{ICP} = -0,692 + 0,996·B _D	0,997
	B _{ICP} = -0,826 + 1,004·B _Q	0,996
SB-YYY _{Se} / B _{ICP} X B _K X B _D X B _Q	B _{ICP} = -0,884 + 0,999·B _{AH}	0,999
	B _{ICP} = -0,619 + 0,998·B _K	0,998
	B _{ICP} = -0,186 + 0,997·B _D	0,997
	B _{ICP} = -0,151 + 0,996·B _Q	0,997
SB-MD _{HNO3} / B _{ICP} X B _K X B _D X B _Q	B _{ICP} = 1,051 + 1,002·B _{AH}	0,998
	B _{ICP} = 0,004 + 1,005·B _K	0,998
	B _{ICP} = 0,454 + 1,001·B _D	0,997
	B _{ICP} = -0,792 + 1,002·B _Q	0,997
SB-KY ₆₀₀ / B _{ICP} X B _K X B _D X B _Q	B _{ICP} = -1,774 + 1,009·B _{AH}	0,993
	B _{ICP} = 0,852 + 1,008·B _K	0,996
	B _{ICP} = 1,654 + 0,996·B _D	0,996
	B _{ICP} = 0,256 + 0,995·B _Q	0,995
SB-KY ₉₀₀ / B _{ICP} X B _K X B _D X B _Q	B _{ICP} = -1,512 + 1,007·B _{AH}	0,996
	B _{ICP} = -0,158 + 1,006·B _K	0,995
	B _{ICP} = 0,292 + 1,004·B _D	0,996
	B _{ICP} = -1,001 + 1,002·B _Q	0,997

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan B miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan B_{ICP}, B_{AH}, B_K, B_D ve B_Q nicel B belirleme metotlarının sonucunda bulunan B değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SP-YYY_{Se} / B_{ICP} X B_{AH} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SB-KY₆₀₀ / B_{ICP} X B_{AH} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.241.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan B içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel B belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan B değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.242.).

Çizelge 4.242. Eşli-t testi sonuçları (Aya-B ve Sap-B)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔB (mg/kg)
AB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_{AH}$	-0,436	0,123	-0,25 ^{ad}
AB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_K$	0,546	0,179	0,39 ^{ad}
AB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_D$	0,647	0,187	0,52 ^{ad}
AB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_Q$	-0,358	0,146	-0,67 ^{ad}
AB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_{AH}$	-0,347	0,214	-0,74 ^{ad}
AB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_K$	-0,426	0,247	-0,42 ^{ad}
AB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_D$	0,512	0,263	0,71 ^{ad}
AB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_Q$	-1,015	0,095	-0,94 ^{ad}
AB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_{AH}$	-0,456	0,159	-0,25 ^{ad}
AB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_K$	-0,327	0,147	-0,12 ^{ad}
AB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_D$	0,451	0,138	0,23 ^{ad}
AB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_Q$	1,011	0,196	0,71 ^{ad}
AB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_{AH}$	-1,014	0,205	-0,81 ^{ad}
AB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_K$	-0,544	0,212	-0,30 ^{ad}
AB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_D$	-1,254	0,078	-1,40 ^{ad}
AB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_Q$	-0,245	0,147	-0,24 ^{ad}
AB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_{AH}$	-0,987	0,098	-0,86 ^{ad}
AB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_K$	-1,047	0,097	-1,06 ^{ad}
AB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_D$	0,465	0,197	0,35 ^{ad}
AB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_Q$	-0,247	0,194	-0,27 ^{ad}
SB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_{AH}$	-0,345	0,201	-0,24 ^{ad}
SB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_K$	-0,456	0,146	-0,54 ^{ad}
SB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_D$	-1,345	0,089	-1,04 ^{ad}
SB- $YYY_{HNO3Cl} / B_{ICP} - B_Q$	-0,349	0,203	-0,48 ^{ad}
SB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_{AH}$	-1,049	0,099	-0,97 ^{ad}
SB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_K$	-0,647	0,115	-0,79 ^{ad}
SB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_D$	-0,467	0,214	-0,44 ^{ad}
SB- $YYY_{Se} / B_{ICP} - B_Q$	-0,578	0,207	-0,49 ^{ad}
SB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_{AH}$	1,234	0,078	1,22 ^{ad}
SB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_K$	0,546	0,124	0,43 ^{ad}
SB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_D$	0,466	0,138	0,54 ^{ad}
SB- $MD_{HNO3} / B_{ICP} - B_Q$	-0,756	0,111	-0,62 ^{ad}
SB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_{AH}$	-1,112	0,078	-1,00 ^{ad}
SB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_K$	1,423	0,070	1,52 ^{ad}
SB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_D$	1,324	0,084	1,32 ^{ad}
SB- $KY_{600} / B_{ICP} - B_Q$	-0,234	0,217	-0,17 ^{ad}
SB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_{AH}$	-1,127	0,083	-0,91 ^{ad}
SB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_K$	0,455	0,197	0,35 ^{ad}
SB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_D$	0,378	0,207	0,63 ^{ad}
SB- $KY_{900} / B_{ICP} - B_Q$	-0,978	0,247	-0,84 ^{ad}

4.3.1.12. Kükürt (S):

Yaprak ayası örneklerinin S içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak 3 farklı yakma yöntemi uygulanmış ve bulunan B sonuçları Çizelge 4.243., Çizelge 4.246. ve Ek Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.243. Yaprak ayası S içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
AS-MD _{HNO3}	3260	12101	5255	1790
AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	3245	12005	5240	1702
AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	2612	9715	4227	1454

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan S miktarları; AS-MD_{HNO3} yöntemiyle 3260-12101 mg/kg, AS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle 3245-12005 mg/kg ve AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle ise 2612-9715 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak ayası örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama S miktarlarına göre yöntemler; AS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} < AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} < AS-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan S sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası S miktarının AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası S miktarının ise AS-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Yöntemler arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak ayası S değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AS-MD_{HNO3} X AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise AS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} X AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.244.).

Çizelge 4.244. Yaprak ayası S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AS-MD _{HNO3} X AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} = 30,508 + 0,996* AS-MD _{HNO3}	0,999**
AS-MD _{HNO3} X AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} = -89,508 + 0,759* AS-MD _{HNO3}	0,998**
AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} X AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} = -106,048 + 0,761* AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	0,997**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan S değerleri arasındaki farkların AS-MD_{HNO3} / AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında bulunan fark dışında tüm yakma yöntemleri arasında %99 düzeyinde önemli olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.245.).

Çizelge 4.245. Eşli-t testi sonuçları (Aya-S)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔAya-S (mg/kg)
AS-MD _{HNO3} / AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	-1,120	0,271	-13,2 ^{ad}
AS-MD _{HNO3} / AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	18,131	0,000	1106,8**
AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} / AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	18,356	0,000	1120,0**

Çizelge 4.246. Yaprak sapı S içerikleri (mg/kg)

Yöntem	Min.	Max.	Ort.	sd
SS-MD _{HNO3}	1090	5580	3200	985
SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	1080	5524	3154	972
SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	876	4496	2545	794

Yaprak sapı örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan S miktarları; SS-MD_{HNO3} yöntemiyle 1090-5580 mg/kg, SS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle 1080-5524 mg/kg ve SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle ise 876-4496 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Yaprak sapı örnekleri üzerinde uygulanan farklı yakma yöntemleriyle bulunan ortalama S miktarlarına göre yöntemler; SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} < SS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} < SS-MD_{HNO3} olarak sıralanmaktadır. Bulunan S sonuçlarına göre en düşük ortalama yaprak ayası S miktarının SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemiyle, en yüksek ortalama yaprak ayası S miktarının ise SS-MD_{HNO3} yöntemiyle elde edildiği belirlenmiştir.

Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan yaprak sapı S değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SS-MD_{HNO3} X SS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında, en düşük ilişkinin ise SS-MD_{HNO3} X SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.247.).

Çizelge 4.247. Yaprak sapı S sonuçları arasındaki istatistiki ilişkiler

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SS-MD _{HNO3} X SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} = -10,044 + 0,741*SS-MD _{HNO3}	0,998**
SS-MD _{HNO3} X SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} = -0,014 + 1,001*SS-MD _{HNO3}	0,997**
SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} X SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} = 24,058 + 1,343*SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	0,998**

Çalışmada kullanılan farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda bulunan S değerleri arasındaki farkların SS-MD_{HNO3} X SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} ve SS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} X SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında %99 seviyesinde önemli, SS-MD_{HNO3} X SS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yöntemleri arasında ise önemsiz olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.248.).

Çizelge 4.248. Eşli-t testi sonuçları (Sap-S)

Yöntem / Yöntem	t değeri	p değeri	ΔSap-S (mg/kg)
SS-MD _{HNO3} / SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	-1,787	0,083	0,08 ^{öd}
SS-MD _{HNO3} / SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	18,641	0,000	668,2**
SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} / SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	18,746	0,000	668,3**

Kantitatif metotlar arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Araştırmada yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerin içinde dolayısıyla örneklerin S içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak ICP-OES ve Spektrofotometrik S belirleme metotları olmak üzere toplam iki farklı kantitatif analiz metodu uygulanmıştır. Farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen analiz çözeltilerinde gerçekleştirilen nicel belirlemeler sonucunda yaprak aya ve sap örneklerinde bulunan S miktarları ayrı ayrı olmak üzere Çizelge 4.249., Çizelge 4.250. ve Ek Çizelge 1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.249. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Aya-S / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif S Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
AS-MD _{HNO3}	S _{ICP}	3260	12101	5255	1790
	S _{Spek}	3165	12001	5196	1865
AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	S _{ICP}	3245	12005	5240	1702
	S _{Spek}	3156	12158	5325	1796
AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	S _{ICP}	2612	9715	4227	1454
	S _{Spek}	2712	9645	4178	1356

Yaprak ayası örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan B değerleri; AS-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 3260-12101 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 3165-12001 mg/kg değerleri arasında, AS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 3245-12005 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 3156-12158 mg/kg değerleri arasında ve AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 2612-9715 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 2712-9645 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.250.).

Çizelge 4.250. Farklı kantitatif S analiz metotları ile bulunan sonuçlar (Sap-S / mg/kg)

Yakma Yöntemi	Kantitatif S Belirleme Metodu	Min.	Max.	Ort.	sd
SS-MD _{HNO3}	S _{ICP}	1090	5580	3200	985
	S _{Spek}	1080	5565	3155	965
SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	S _{ICP}	1085	5524	3154	972
	S _{Spek}	1120	5594	3197	985
SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	S _{ICP}	876	4496	2545	794
	S _{Spek}	850	4475	2522	780

Yaprak sapı örneklerinde 2 farklı kantitatif metot uygulanarak bulunan B değerleri; AS-MD_{HNO3} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 1090-5580 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 1080-5565 mg/kg değerleri arasında, AS-AYY(180<°C)_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 1085-5524 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 1120-5594 mg/kg değerleri arasında ve AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} yakma yöntemiyle: S_{ICP} metoduyla 876-4496 mg/kg, S_{Spek} metoduyla 850-4475 mg/kg değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 4.250.).

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan S miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan B_{ICP} ve S_{Spek} nicel S belirleme metotlarının sonucunda bulunan S değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin AS-MD_{HNO3} / S_{ICP} X S_{Spek} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise AS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} / S_{ICP} X S_{Spek} metotları arasında bulunmuştur (Çizelge 4.251.).

Çizelge 4.251. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Aya)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
AS-MD _{HNO3} X S _{ICP} -S _{Spek}	S _{ICP} = 38,216 + 1,004.S _{Spek}	0,999**
AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} X S _{ICP} -S _{Spek}	S _{ICP} = -79,675 + 0,999.S _{Spek}	0,998**
AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} X S _{ICP} -S _{Spek}	S _{ICP} = 11,398 + 1,009.S _{Spek}	0,997**

Çizelge 4.252. Farklı kantitatif B analiz metotları ile bulunan sonuçlar arasındaki ilişkiler (Sap)

Korelasyonlar	Regresyon Denklemleri	r
SS-MD _{HNO3} X S _{ICP} - S _{Spek}	S _{ICP} = 51,310 + 0,998·S _{Spek}	0,999**
SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} X S _{ICP} - S _{Spek}	S _{ICP} = -62,182 + 1,006·S _{Spek}	0,997**
SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} X S _{ICP} - S _{Spek}	S _{ICP} = 30,566 + 0,998·S _{Spek}	0,996**

Yaprak ayası örneklerinin farklı yakma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan S miktarlarının belirlenmesine yönelik olarak uygulanan B_{ICP} ve S_{Spek} nicel S belirleme metotlarının sonucunda bulunan S değerleri arasındaki en yüksek ilişkinin SS-MD_{HNO3} / S_{ICP} X S_{Spek} metotları arasında, en düşük ilişkinin ise SS-AYY(180>°C)_{HNO3Cl} / S_{ICP} X S_{Spek} metotları arasında bulunmuştur (Bkz. Çizelge 4.252.).

Yaprak ayası ve sapı örneklerinin farklı yakma yöntemleri ile bozundurulması sonrasında elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan S içeriklerinin kantitatif olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan farklı nicel S belirleme metotlarının uygulanması sonucunda bulunan S değerleri arasındaki farkların istatistiki yönden önemsiz düzeyde olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.253.).

Çizelge 4.253. Eşli-t testi sonuçları (Aya-S ve Sap-S)

Yöntem / Metot * Metot	t değeri	p değeri	ΔS (mg/kg)
AS-MD _{HNO3} / S _{ICP} - S _{Spek}	-0,656	0,095	-75 ^{öd}
AS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} / S _{ICP} - S _{Spek}	-0,578	0,066	-94 ^{öd}
AS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} / S _{ICP} - S _{Spek}	0,685	0,054	98 ^{öd}
SS-MD _{HNO3} / S _{ICP} - S _{Spek}	0,564	0,175	20 ^{öd}
SS-AYY(180<°C) _{HNO3Cl} / S _{ICP} - S _{Spek}	-0,822	0,255	-13 ^{öd}
SS-AYY(180>°C) _{HNO3Cl} / S _{ICP} - S _{Spek}	0,527	0,199	14 ^{öd}

Çalışmada bitki doku örneklerinin farklı bozundurma yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen örnek çözeltilerinde farklı kantitatif metotların uygulanması sonucunda elde edilen bulguların Adler and Wilcox (1985), Havlin and Soltanpour (1980), Lowther et al., (1980), Matejovic and Durackova (1994), Miyazawa et al. (1984), Myers et al. (1948), Smith (1979), Beaton et al. (1968), Zhao et al. (1994), Sansum and Robinson (1974), Bethge (1956), Randall and Spencer (1980), Soon et al. (1996), Azcue and Mudroch (1994), Dokiya et al. (1975), Hamze et al. (1984), Havlin and Soltanpour (1980), Huang and Schulte (1985), Isaac and Jones (1972), Matejovic and Durackova (1994), Rao et al. (1998), Rechcigl and Payne (1990), Topper and Kotuby-Amacher (1990), Zheljazkov and

McNeil (2008), Bradfield (1977), Miyazawa et al. (1984), Sahrawat (1980), Sahrawat (1987), Burns and Hutsby (1986) ve Oxenham et al. (1983) tarafından yapılan çalışmalarda bulunan sonuçlara benzerlik gösterdiği, araştırmada kullanılan yaprak ayası ve sap örneklerinin içerdiği bitki besin elementi içeriklerinin ise Tepecik vd. (2014a), Tepecik vd. (2014b), Aydın vd. (2005), Yener vd. (2008) ve Aydın vd. (2005) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda bulunan miktarlar ile aynı paralelde olduğu tespit edilmiştir.

4.3.2. Bitki Örneklerinin Makro ve Mikro Bitki Besin Elementi Analiz Maliyetlerinin Karşılaştırılması:

4.3.2.1. N:

Bitki numunelerinin toplam N değerinin belirlenmesine yönelik olarak 3 farklı numune yakma ve 2 farklı kantitatif N belirleme metodu kullanılmıştır. Kurutma işlemi ve sonrasında öğütme işleminden geçirilmiş olan bitki numunelerinde N_{dumas} metodu kullanılarak toplam N miktarı nicel olarak belirlenmiştir. Kjeldahl metodu (N_{kj}) hem toprak analizlerinde hem de bitki analizlerinde toplam N belirlemelerinin nicel olarak yapılmakta olduğu ve her iki numune türünde de kullanılmakta olan bir toplam N belirleme metodudur. Üç ana safhadan oluşan Kjeldahl metodunda, birinci safha yakma, 2 safha destilasyon ve son aşamada titrasyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Bitki örneklerinde toplam N miktarının nicel olarak belirlenmesi amacıyla kullanılan bir diğer metot $H_2SO_4 + H_2O_2 + Li_2SO_4 + Se$ karışımı ile numunelerin ısıtıcı tabla üzerinde yaş yakmaya tabi tutulduğu metottur⁵⁹. N_{Se} açıkta yaş yakma yönteminde hazırlanan $H_2SO_4 + H_2O_2 + Li_2SO_4 + Se$ karışımı ile ısıtıcı tabla üzerinde yaş yakma işleminin uygulandığı bitki numuneleri yaş yakma işlemi tamamlandıktan sonra 100 ml balon jöjeye aktarılmakta balon jöje 100 ml çizgisine kadar tamamlanmaktadır. 100 ml'ye tamamlanan çözeltinin içerisinde NH_4^+ formunda bulunan çözeltiden bir miktar alınarak N_{kj} yönteminde bulunan 2. ve 3. aşamalar uygulanmış ve formül yardımıyla bitki numunelerinin toplam N içerikleri kantitatif olarak belirlenmiştir.

N_{dumas} , N_{kj} ve N_{Se} metotlarının gerçekleştirilmesi için gereken süre miktarları Çizelge 4.237.'den incelendiğinde; AaS miktarının dolayısıyla İM miktarının en düşük olduğu metodun 7,70 TL miktarı ile N_{dumas} metoduna ait olduğu bunu, 30,78 TL ortalama işçilik maliyeti ile N_{kj} metodunun izlediği ve 41,04 TL'lik

⁵⁹ $H_2SO_4 + H_2O_2 + Li_2SO_4 + Se$ karışımı ile uygulana yaş yakma yöntemi N_{Se} simgesi ile simgelenmektedir.

İM miktarı yönünden N_{Se} metodunun İM miktarı bakımından en maliyetli metot olduğu görülmektedir. N_{Se} metodu ile toplam N belirlemesi yaş yakma, destilasyon ve titrasyon aşamalarını içermesi nedeniyle analizi uygulayan uygulayıcının analizin gerçekleştirilmesi için diğer metotlara nazaran daha fazla zaman harcaması gerektiği dolayısıyla da daha fazla AaS miktarının oluşmasına neden olduğu belirlenmiştir. N_{kj} metodu, N_{Se} metodunda olduğu gibi bir yakma aşamasının bulunduğu ancak bu aşamanın Kjeldahl yakma üniteleri⁶⁰ yardımıyla gerçekleştirilmesi nedeniyle uygulayıcının analiz işlemi başında daha az zaman harcamasına yol açması sebebiyle N_{kj} metodunun uygulanması sırasında ihtiyaç duyulan ortalama işçilik süresinin N_{Se} metoduna nazaran daha az olduğu belirlenmiştir. V. Jenerasyon analitik laboratuvar cihazları kategorisine giren CNS analiz cihazında ise analizin gerçekleştirilmesi sırasında uygulayıcının gerçekleştirilmesi gereken bir iş veya işlem bulunmamaktadır. Söz konusu sistemde yalnızca numune tartımı, otomatik örnekleyiciye numunenin yüklenmesi ve analiz sonucunun yazılım yoluyla elde edilmesi aşamaları bulunmaktadır. Bu nedenle N_{dumas} metodu AaS dolayısıyla İM miktarı yönünden en ekonomik metot olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.254.).

Çizelge 4.254. Bitki numunelerinde toplam N belirlemeleri için kullanılan kantitatif N belirleme metotlarının uygulanması sırasında harcanan süreler ile gerçekleştirilen iş ve işlemlerin maliyetleri

Metot	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)	Sıra No.
N_{kj}	60	30,78	10,18	0,39	1,44	42,79	1
N_{Se}	80	41,04	7,35	0,42	0,44	49,25	2
N_{dumas}	15	7,70	155,15	4,12	0,53	167,50	3

Bitki örneklerinin toplam N içeriğinin nicel olarak belirlenmesine yönelik gerçekleştirilen metotların KMM miktarları birbiriyle karşılaştırıldığında; Gerçekleştirilmesi sırasında en az KMM miktarına sahip metodun 7,35 TL ortalama kimyasal malzeme maliyeti ile N_{Se} metoduna ait olduğu, bunu 10,18 TL'lik KMM miktarıyla N_{kj} metodunun izlediği ve son olarak 155,15 TL'lik KMM miktarı ile N_{dumas} metodunun KMM miktarı açısından en maliyetli metot olduğu tespit edilmiştir. Metotların KMM miktarları üzerinde en etkili faktörün N_{dumas} metodunun uygulanmasında kullanılan gazların ve kimyasal malzemelerin ortalama kimyasal malzeme maliyetlerinin diğer iki metoda nazaran büyük oranda yüksek olmasından kaynaklandığı, N_{Se} metodunun uygulanmasında kullanılan

⁶⁰ 6'lı, 8'li, 12'li (vb.) numune kapasiteli ve farklı sıcaklık basamakları ve programlaması yapılabilen yakma blokları şeklinde tasarlanan yakma üniteleri.

$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{Se}$ karışımının hazırlanmasında ortalama birim maliyetleri nispeten diğer kimyasallara oranla maliyetli olan kimyasal malzemelerin kullanılmasına rağmen yakma işleminde kullanılan asit karışımı hacminin az olmasından dolayı N_{Kj} metodundan daha düşük KMM miktarının meydana gelmesine neden olduğu belirlenmiştir⁶¹ (Bkz. Çizelge 4.254.).

Bitki analizlerinde toplam N belirlemeye yönelik olarak kullanılan nicel analiz yöntemleri AM miktarları bakımından karşılaştırıldığında; En yüksek AM miktarının 4,12 TL miktarı ile N_{dumas} metoduna ait olduğu görülmektedir. N_{dumas} metodunda kullanılan CNS analiz cihazının ortalama yatırım maliyeti diğer cihazlarda kullanılan alet, ekipman ve cihazlardan çok daha yüksektir. Bu fark nedeniyle N_{dumas} metodunun AM miktarı diğer metotlara kıyasla daha yüksek seviyede bulunmuştur. AM miktarı yönünden en ekonomik metodun 0,39 TL AM değeriyle N_{Kj} metodu olduğu belirlenmiştir. Metotlar arasında AM miktarları yönünden en ekonomik metodun N_{Kj} metodu olarak ortaya çıkması üzerindeki etkili faktörün kullanılan açıkta yaş yakma yöntemindeki yakma aşamasının N_{Se} metodundakinden daha kısa sürede tamamlanıyor olmasından kaynaklanmaktadır⁶². Dolayısıyla bu durum söz konusu metodun AM miktarına yansımış ve en az AM miktarına sahip metot olmasına neden olmuştur (Bkz. Çizelge 4.254.).

Bitki numunelerinde toplam N belirlemeye yönelik olarak kullanılan 3 farklı nicel N belirleme metodunun uygulanmasında kullanılan alet ve ekipmanlar farklılıklar göstermektedir. Bunun yanında özellikle yaş yakma aşamaları sırasında kullanılan ısıtıcı tabla veya Kjeldahl yakma ünitelerinin çalıştırıldığı süreler arasında farklılıklar bulunması dolayısıyla metotların uygulanması ve tamamlanması için tüketilen EM miktarları arasında farklılıkların oluşmasına neden olmuştur. N_{dumas} metodunda belirlemelerde tek bir sistem kullanılmıştır. CNS cihazları fırın, redüksiyon bölümü, TCD ve bilgisayar donanımı bölümlerinden oluşmaktadır. Bu bölümlerin piroliz işleminin gerçekleştiği ve redüksiyon reaksiyonlarının olduğu kısımlar analiz sırasında yüksek sıcaklık derecelerine ayarlı olduğundan dolayı söz konusu CNS cihaz sisteminin EM miktarı diğer metotlara kıyasla en yüksek düzeyde bulunmuştur⁶³ (Bkz. Çizelge 4.254.).

⁶¹ $\text{NLi}_2\text{SO}_4 + \text{Se}$ yönteminde 5 ml asit karışımı kullanılmaktadır. Bu karışım 50 ml asit karışımı için 28 ml $\text{H}_2\text{SO}_4 + 22$ ml $\text{H}_2\text{O}_2 + 0,933$ gr $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + 0,032$ gr Se elementinden oluşmaktadır.

⁶² N_{Kj} yöntemindeki yakma ortalama 2,5 saat içerisinde sona ermektedir. $\text{N}_{\text{Li}_2\text{SO}_4 + \text{Se}}$ yönteminde yaş yakma ortalama 4 saat sürmektedir.

⁶³ CNS sistemlerinde bulunan yakma kolonu sürekli ortalama 1050 °C sıcaklığında, redüksiyon kolunu ise 600-700 °C sıcaklık aralığında tutulmaktadır. Ayrıca absorpsiyon/desorpsiyon kolları

Bitki örneklerinde uygulanan toplam N belirleme metotları TAM miktarları bakımından incelendiğinde; En ekonomik metodun 42,79 TL'lik TAM miktarıyla N_{kj} metodu olduğu, bunu 49,25 TL'lik TAM miktarıyla N_{Se} metodunun izlemekte olduğu ve en maliyetli metodun ise 167,50 TL'lik TAM miktarıyla N_{dumas} metoduna ait olduğu belirlenmiştir. Söz konusu bu durumun oluşmasında N_{Se} metodunda İM miktarının yüksek olması ve N_{dumas} metodunda KMM miktarının diğer metotlara kıyasla daha yüksek olmasının önemli oranda etkili belirlenmiştir. N_{Se} metodunun TAM miktarının N_{kj} metoduna nazaran yüksek olması İM miktarının daha yüksek olmasından kaynaklanmıştır. N_{Se} metodunda yakma aşamasında gerçekleştirilen fazladan işçilik süresi nedeniyle N_{Se} metodunun İM miktarı artmış dolayısıyla TAM miktarının söz konusu durum nedeniyle maliyeti arttırmak suretiyle olumsuz yönde etkilenmesine yol açtığı tespit edilmiştir. Uygulana toplam N analiz metotları ortalama toplam analiz maliyetleri yönünden $N_{kj} < N_{Se} < N_{dumas}$ şeklinde sıralanmakta oldukları tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.254.).

Çalışmada bitki örneklerinde toplam N miktarının kullanılmasına yönelik olarak uygulanan ve TAM miktarları bakımından değerlendirilen kantitatif N belirleme metotları yalnızca bitki örneklerinde N tespiti yapılmak istendiğinde N_{kj} metodunun en az maliyetli metot olduğu, ancak söz konusu bitki örneklerinde aynı zamanda diğer makro ve mikro bitki besin elementi içeriklerinin de belirlenmek istenmesi durumunda yukarıda ifade edilen avantajını kaybetmektedir. Çizelge 4.254.'de verilen sonuçlar çerçevesinde; TAM miktarları bakımından en ekonomik metodun N_{kj} olduğu (1. sırada) belirtilen durum söz konusu olduğunda ise N_{Se} metodunun TAM miktarı bakımından çok daha ekonomik duruma geleceği görülmektedir.

4.3.2.2. Bitki Örneklerinde Toplam ve Ekstrakte Edilebilir Makro ve Mikro Bitki Besin Elementlerinin Tayini:

Bitki örnekleri açık yaş yakma ($AYY(180<^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$, $AYY(180>^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$ ve AYY_{Se}), kapalı yaş yakma (MD_{HNO_3}) ve açık kuru yakma (KY_{600} ve KY_{900}) şeklinde uygulanan 6 farklı yakma yöntemi ile bozundurulmuştur. Açık yaş yakma metotlarında kurulmuş ve öğütülmüş bitki numuneleri uygun büyüklükteki erlenmayerler içerisi tartılmış ve üzerlerine asit karışımları yöntemde önerilen miktarlarda ilave edilmiştir. Asit ilavesi yapılan bitki numuneleri ısıtıcı bir tabla yardımıyla ısıtılmış ve yakma işleminin açık atmosferik koşullar altında

analiz aşamalarına bağlı olarak 150-250 °C sıcaklık değerlerine analiz aşamalarına bağlı olarak ısıtılmakta ve soğutulmaktadır.

tamamlanması sağlanmıştır. $YYY(180>^{\circ}\text{C})_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ yöntemini uygulanmasında ısıtıcı tabla sıcaklığının 180°C 'yi aşması engellenmiş ve tayin süresince buna dikkat edilmiştir. $YYY(180<^{\circ}\text{C})_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ yönteminin uygulanmasında ise yakma işleminin devamında ısıtıcı tabla sıcaklığının 180°C 'nin üzerine çıkmasına izin verilmiş ve normal koşullar altında gerçekleştirilen yaş yakma prosedürü uygulanmıştır. Her iki açıta yaş yakma işlemi tamamlanan numuneler uygun yıkama çözeltisi ile 50 ml hacimli plastik tüplere⁶⁴ yıkanarak aktarılmış ve 50 ml hacim çizgisine tamamlanarak kantitatif element belirlemelerinin yapılması için hazır hale getirilmiştir. Bitki numuneleri açık yaş yakma yöntemlerinden temel olarak 2 tanesi seçilerek analize hazır hale getirilmiştir. Bunlar; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ çifte asit karışımı yaş yakma yöntemi ($YYY(180<^{\circ}\text{C})_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$ ve $YYY(180>^{\circ}\text{C})_{\text{HNO}_3\text{Cl}}$) ve $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{Se}$ (YYY_{Se}) elementi karışımından oluşan asit karışımı yöntemidir. Her iki asit karışımı yardımıyla gerçekleştirilen açık yaş yakma yöntemleri ortalama 240 dakikalık ısıtıcı tabla üzerindeki ısıtma işlemlerine tabi tutulmuş ve açık yaş yakma yöntemleri tamamlanmıştır. Kapalı yaş yakma yönteminde (MD_{HNO_3}) HNO_3 asidi kullanılarak teflon kaplar içerisine tartılan bitki numuneleri kapalı kaplar içerisinde ve basınç altında mikro dalga sistemi kullanılarak kapalı yaş yakma işlemine tabi tutulmuştur. Ortalama 40 dakika süren mikro dalga yakma işlemi sonrasında elde edilen çözeltiler 50 ml'lik plastik tüplere alınmış ve nicel element belirlemeleri için hazır hale getirilmiştir. Kuru yakma yönteminde ise porselen krozeler içerisine uygun miktardaki tartımları gerçekleştirilen bitki numuneleri 600°C 'ye (KY_{600}) ve 900°C 'ye (KY_{900}) ayarlanmış kül fırını içerisinde kuru yakma işlemine tabi tutulmuştur. Kuru yakma işlemi her iki sıcaklık derecesi için ortalama 5 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Porselen krozeler içerisinde bulunan bitki numuneleri kül fırınında kül hale getirildikten sonra HNO_3 kullanılarak çözelti haline getirilmiş ve süzülerek 50 ml'lik plastik tüplere aktararak 50 ml çizgisine tamamlanmıştır. 2 farklı sıcaklık derecesinde kuru yakma yönteminin uygulandığı bitki numunesi çözeltilerinde kantitatif element belirlemeleri gerçekleştirilmiştir.

Bitki numunelerinin element içeriklerinin belirlenmesine yönelik olarak kullanılmış olan 6 farklı yakma yönteminin yanı sıra H_2O 'nun kullanıldığı ($\text{Ek}_{\text{SH}_2\text{O}}$), %2'lik CH_3COOH 'nin kullanıldığı (Ek_{SHOAc}) ve 1 M HCl 'nin kullanıldığı (Ek_{SHCl}) 3 farklı bitki ekstraksiyon yöntemi uygulanmıştır. Söz konusu her 3 bitki (yaprak ayası) ekstraksiyon yönteminde de numune çözelti oranı 1:30 (w:v) şeklinde kullanılmıştır. Yaprak ayası numuneleri birinci aşamada saf suyu

⁶⁴ Polietilen (PE) yapıdaki 50 ml hacimli kaplar, çözeltilerde bor belirlemeleri yapıldığından bu kap tipi tercih edilmiştir.

Çalışmada uygulanan $AYY(180<^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$, $AYY(180>^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$, $AYY_{H_2SO_4+Se}$, MD_{HNO_3} yöntemleri ile aynı çözelti içerisinde 11 farklı bitki besin elementinin belirlenebileceği görülmektedir. AYY_{Se} yöntemi tüm diğer yöntemlerden farklı ve avantajlı olarak yakma işlemi sonrasında elde edilen çözeltide bitki numunelerinin toplam N içeriğinin belirlenmesine imkân sağlayan bir özellik göstermektedir. Diğer hiçbir yakma yönteminde elde edilen çözeltide toplam N belirlenmesi yapılamamaktadır. Bu özelliği nedeniyle söz konusu yöntem ile S belirlenmeleri yapılamamasına karşın rutin olarak kullanılan toplam N elementinin elde edilen çözeltide diğer bitki besin elementleri ile birlikte belirlenebiliyor olması eşsiz bir özellik kazandırmaktadır. Açıkta kuru yakma yöntemleri olan KY_{600} ve KY_{900} yöntemleri ile aynı anda 10 bitki besin elementi belirlenmesi aynı çözelti içerisinde yapılabilir. Söz konusu 2 yöntemde S belirlenmeleri gerçekleştirilememektedir⁶⁵ (Bkz. Çizelge 4.256.).

Yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasıyla elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan Na, K ve Ca elementleri alev fotometre cihazı ve ICP-OES cihazı kullanılarak, Mg elementi AAS cihazı ve ICP-OES cihazı kullanılarak ve Fe, Cu, Zn ve Mn elementleri ise ICP-OES cihazı kullanılarak belirlenmiştir (Çizelge 4.257.)

Çizelge 4.257. Bitki örneklerinin yakılması ve ekstraksiyonu sonucunda elde edilen çözeltilerde Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn elementlerinin kantitatif belirlenmesi sırasında uygulanan nicel belirleme metotlarının kullanım durumu

Element	Kantitatif Belirleme Metodu		
	X_{Af}	X_{AAS}	X_{ICP}
Na	+	-	+
K	+	-	+
Ca	+	-	+
Mg	-	+	+
Fe	-	-	+
Cu	-	-	+
Zn	-	-	+
Mn	-	-	+

Yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanmasıyla elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan P, B ve S elementlerinin kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak ise spektrofotometrik metotlar ve ICP-OES metotları uygulanmıştır. Yakma

⁶⁵ KY_{600} ve KY_{900} yöntemlerinde bitki numunesinde bulunan S bileşikleri yakma işlemleri sırasında çözeltide SO_4^{2-} formunda tutulamamakta ve SO_2 gazı formunda kül fırını içerisinde kaybedilmektedir.

yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerde P elementi ICP-OES cihazı ve spektrofotometre ile gerçekleştirilen vanadomolibdofosforik sarı renk metodu ile belirlenmiştir. Vanadomolibdofosforik asit sarı renk ($P_{\text{Spek-VM}}$) ve molibdofosforik asit mavi renk metodu ($P_{\text{Spek-MM}}$) kullanılarak bozundurma işlemleri sonucunda elde edilen çözeltilerin içerdiği P miktarları kantitatif olarak tayin edilmiştir. Barton çözeltisi $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, NH_4VO_3 ve HNO_3 kullanılarak hazırlanmış ve çözeltilerin renklendirilmesinde kullanılmıştır. Bitki örneklerinin içerdikleri S miktarının kantitatif olarak belirlenmesine yönelik olarak kullanılan yakma yöntemlerinin sonucunda elde edilen çözeltilerde S elementinin nicel belirlemeleri S_{ICP} ve $S_{\text{Spek-Ba}}$ kantitatif S belirleme metotları kullanılarak gerçekleştirilmiştir⁶⁶. Uygulanan yakma yöntemleri sonucunda elde edilen çözeltilerde B elementinin miktarı nicel yolla belirlenmesine yönelik olarak B_{ICP} , B_{AH} , B_{K} , B_{D} ve B_{Q} metotları kullanılmıştır⁶⁷.

Çizelge 4.258. Bitki örneklerinin farklı yöntemler ile bozundurulması ve ekstraksiyonu sonucunda elde edilen çözeltilerde P, B ve S elementlerinin kantitatif belirlenmesi sırasında uygulanan nicel belirleme metotlarının kullanım durumu

Kantitatif Belirleme Metodu		
Element	X_{Spek}	X_{ICP}
P	+	+
S	+	+
B	+	+

Bitki örneklerine uygulanan farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sırasında gerçekleştirilmiş olan iş ve işlemlere ait elde edilen ortalama maliyetlere ilişkin veriler Çizelge 4.259.'da verilmektedir⁶⁸.

⁶⁶ ICP-OES nicel S belirleme yönteminde bitki numunelerine yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerde doğrudan ICP-OES cihazı kullanılarak S nicel olarak belirlenmiştir. Türbidimetrik olarak gerçekleştirilen kantitatif S belirleme metodunda kuvvetli asidik şartlarda $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kristalleri kullanılarak oluşturulan BaSO_4 bileşiğinin oluşturduğu bulanıklık sorbitol ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$) maddesi yardımıyla stabilize edilmekte ve BaSO_4 bileşiğinin meydana getirdiği (bulanıklık) spektrofotometrik olarak belirlenmektedir.

⁶⁷ B_{AH} metodunda Azometin-H, B_{K} metodunda Karmin, B_{D} metodunda Dianthrimid ve B_{Q} metodunda Quinalizarin'den oluşan antrakinin boyar maddeleri ile renklendirme gerçekleştirilmiştir.

⁶⁸ Çizelgede farklı yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması aşamasına ait ortalama maliyet verileri verilmektedir. Söz konusu veriler içerisinde nicel element belirleme metotlarına ait ortalama maliyet verileri bulunmamaktadır.

Çizelge 4.259. 6 farklı yakma yöntemi ile 3 farklı bitki ekstraksiyon yönteminin gerçekleştirilmesinde uygulanan yöntemler için gerçekleştirilen iş ve işlemlerin maliyetleri

Yöntem	TL/10 örnek					
	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM _{VEY} (TL)
AYY(180<°C) _{HNO3Cl}	37,5	19,23	13,15	0,02	0,05	32,45
AYY(180>°C) _{HNO3Cl}	37,5	19,23	13,15	0,04	0,07	32,49
AYY _{Se}	37,5	19,23	2,32	0,02	0,05	21,62
MD _{HNO3}	35,5	18,21	2,66	0,57	0,05	21,49
KY ₆₀₀	28,5	14,62	0,53	1,06	0,27	16,47
KY ₉₀₀	28,5	14,62	0,53	1,06	0,32	16,53
Ek _{SH2O}	28	14,36	0,62	0,14	0,29	15,41
Ek _{SHOAc}	28	14,36	1,81	0,14	0,29	16,60
Ek _{SHCl}	28	14,36	0,00	0,14	0,29	14,79
En az		14,36	0,00	0,02	0,05	14,79
En Fazla		19,23	13,15	1,06	0,32	32,45
Ortalama		16,47	3,86	0,35	0,19	20,87

5 farklı yakma yöntemi ve 3 farklı bitki ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen çözeltilerin içerisinde bulunan bitki besin elementlerinin miktarlarını kantitatif olarak belirlemek için kullanılmış ve uygulanmış olan X_{Af}, X_{AAS}, X_{ICP}, S_{Spek-Ba}, B_{AH}, B_K, B_D ve B_Q kantitatif element belirleme metotlarının uygulanması sırasında gerçekleştirilen iş ve işlemlere ait ortalama maliyet verilerine Çizelge 4.260.'da gösterilmektedir⁶⁹.

Çizelge 4.260. Bitki örneklerinin içerdiği bitki besin elementleri miktarının nicel olarak belirlenmesi sırasında uygulanan metotların gerçekleştirilmesi için gerçekleştirilmiş olan iş ve işlemlerin maliyetleri

Kantitatif Element Belirleme Metodu	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM _{EAM} (TL)
X _{Alev}	15	7,70	0,15	0,02	0,01	7,88
X _{AAS}	15	7,70	0,38	0,07	0,01	8,16
X _{ICP}	5	2,57	5,40	0,54	1,14	9,65
P _{Spek-VM}	15	7,70	1,39	0,04	0,02	9,15
S _{Spek}	20	10,26	8,98	0,01	0,01	19,26
B _{AH}	20	10,26	15,67	0,01	0,01	25,95
B _K	15	7,70	6,53	0,01	0,01	14,25
B _D	33	16,93	30,59	0,17	0,24	47,93
B _Q	17	8,72	6,53	0,01	0,01	15,27

⁶⁹ Çizelgede verilen ortalama maliyet verileri içerisinde bitki yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin gerçekleştirilmesi sırasında oluşan ortalama maliyet verileri dâhil edilmemiştir.

Bitki örneklerinin 6 farklı yakma yöntemi ve 3 farklı ekstraksiyon yönteminin uygulanması ile elde edilen çözeltilerin elde edilişleri verilmiştir (Bkz. Çizelge 4.255.). Yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerde element bazında uygulanan kantitatif element belirleme metotları Çizelge 4.257. Çizelge 4.261.'de bitki örneklerinin yakma yöntemleri ile yakılması ve bitki ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonrasında elde edilen çözeltilerin kantitatif metotlar ile yakma ve ekstraksiyon yöntemlerinin birbiri ile eşleştirilmesi durumunda gerçekleştirilen iş ve işlemlerin ortalama toplam analiz maliyet verileri bir araya getirilmek suretiyle sunulmaktadır. Söz konusu çizelgede yakma/ekstraksiyon yöntemi ile bu yöntemlerden elde edilen çözeltilerde uygun kantitatif yöntem ile 1 elementin belirlenmesi durumunda oluşan ortalama toplam analiz maliyeti verilmektedir⁷⁰.

Çizelge 4.261. Bitki örneklerinde yakma/ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde 1 adet bitki besin elementi miktarının kantitatif metotla belirlenmesi durumundaki oluşan ortalama toplam analiz maliyetleri

Σ TAM (TL/10 örnek)									
Yöntem	Kantitatif Element Belirleme Metodu								
	X_{Af}	X_{AAS}	X_{ICP}	P_{Spek-VM}	S_{Spek}	B_{AH}	B_K	B_D	B_Q
YYY(180<°C) _{HNO₃Cl}	40,33	40,61	42,10	41,60	51,71	58,40	46,70	80,38	47,72
YYY(180>°C) _{HNO₃Cl}	40,37	40,65	42,14	41,64	51,75	58,44	46,74	80,42	47,76
YYY _{Se}	29,50	29,78	31,27	30,77	40,88	47,57	35,87	69,55	36,89
MD _{HNO₃}	29,37	29,65	31,14	30,64	40,75	47,44	35,74	69,42	36,76
KY ₆₀₀	24,35	24,63	26,12	25,62	35,73	42,42	30,72	64,40	31,74
KY ₉₀₀	24,41	24,69	26,18	25,68	35,79	42,48	30,78	64,46	31,80
Ek _{SH₂O}	23,29	23,57	25,06	24,56	34,67	41,36	29,66	63,34	30,68
Ek _{SHOAc}	24,48	24,76	26,25	25,75	35,86	42,55	30,85	64,53	31,87
Ek _{SHCl}	22,67	22,95	24,44	23,94	34,05	40,74	29,04	62,72	30,06
Min.	22,67	22,95	24,44	23,94	34,05	40,74	29,04	62,72	30,06
Max.	40,37	40,65	42,14	41,64	51,75	58,44	46,74	80,42	47,76

Yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin herhangi birisinin uygulanması sonrasında elde edilen çözeltilerde kantitatif element belirlemelerine yönelik olarak 9 farklı metot uygulanmıştır. Yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonrasında çözelti içerisinde bulunan bitki besin elementlerinin belirlenmesine yönelik olarak X_{Af} metodu alev fotometresi ile gerçekleştirilmektedir. X_{Af} yöntemi ile çözeltilerde Na, K ve Ca elementlerinin nicel belirlemeleri gerçekleştirilmiştir. X_{AAS} metodu ile çözeltilerde Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn elementlerinin kantitatif olarak

⁷⁰ Yakma/ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen çözeltilerde söz konusu kantitatif analiz metotlarından herhangi birisiyle birden fazla element belirlenmesi yapılması durumunda kullanılan kantitatif metodun özelliğine göre ilgili kantitatif metodun ortalama toplam analiz maliyeti hesaplanarak ilave edilmektedir.

miktarları belirlenmiştir. X_{ICP} metodu ile Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, S ve B elementlerinin nicel yolla miktarları tespit edilmiştir. S_{Spek} metodu ile S elementinin, $P_{Spek-MvFS}$ metodu ile P elementi, B_{AH} , B_K , B_D ve B_Q metotları ile B elementinin miktarları elde edilen çözeltiler içerisinde nicel olarak tespit edilmiştir. Bitki numunelerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemleri elde edilen çözeltiler içerisinde aynı anda belirlenebilen bitki besin elementleri bakımından incelendiğinde; Söz konusu yöntemler ile elde edilen çözeltilerde uygulanan yöntemin özelliğine göre değişmekle birlikte çoklu element analizlerinin yapılabilir (Bkz. Çizelge 4.256.). Bu nedenle yakma/ekstraksiyon yöntemlerine ait ortalama toplam analiz maliyetlerinin çözelti içerisinde gerçekleştirilen bitki besin elementi göre düzenlenmesi sonucunda elde edilen yöntemlere ait ortalama toplam analiz maliyetleri Çizelge 4.262.'de verilmektedir.

Çizelge 4.262. Bitki numunelerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen çözeltilerde belirlenebilen element adedine göre hesaplandığında oluşan birim ortalama toplam analiz maliyetleri.

Ekstraksiyon Yöntemi	TAM _{YEE} (TL)	Σ TAM (TL/10 örnek)	
		Belirlenebilen Yarıyışlı Bitki Besin Elementi Sayısı	TAM _{YEE} (TL/Element)
YYY(<180°C) _{HNO3Cl}	32,45	11	2,95 ⁷¹
YYY(>180°C) _{HNO3Cl}	32,49	11	2,95
YYY _{Se}	21,62	10+1 ⁷²	1,97
MD _{HNO3}	21,49	11	1,95
KY ₆₀₀	16,47	10	1,65
KY ₉₀₀	16,53	10	1,65
Ek _{H2O}	15,41	4	3,85
Ek _{HOAc}	16,60	8	2,07
Ek _{HCl}	14,79	8	1,84

Uygulanmış olan herhangi bir yakma/ekstraksiyon yöntemi sonucunda elde edilen çözeltilerde belirlenmek istenen element sayısı, özelliği ve laboratuvar imkanlarına göre kantitatif metot seçimleri değişiklikler göstermektedir. Bu çerçevede yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonrasında elde edilen çözeltilerde bitki besin elementlerinin miktarını kantitatif olarak belirlemeyi

⁷¹ Sütundaki sayısal veri yakma/ekstraksiyon yöntemi ile aynı çözelti içerisinde belirlenebilen bitki besin elementi sayısına bölünerek elde edilmiştir. (+1) olarak yazılan sayı bölme işlemine dâhil edilmemiştir.

⁷² +1 olarak gösterilen N elementi için kullanılmıştır. YYY_{Se} yöntemiyle yakma sonucunda N elementi de aynı çözelti içerisinde belirlenebilmektedir.

sağlayacak olası nicel analiz metodu kombinasyonları Çizelge 4.263.'de verilmektedir⁷³.

Çizelge 4.263. Bitki örneklerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemleri sonrasında elde edilen çözeltilerde bitki besin elementlerinin belirlenmesine yönelik olarak oluşturulabilecek olası nicel analiz metodu eşleşmeleri

Kantitatif Olarak Belirlenecek Element/ler	Kullanılabilecek Kantitatif Yöntem/ler
Na	$X_{Af} - X_{AAS} - X_{ICP}$
K	$X_{Af} - X_{AAS} - X_{ICP}$
P	$P_{Spek-VM} - X_{ICP}$
Ca	$X_{Af} - X_{AAS} - X_{ICP}$
Mg	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Fe	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Cu	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Zn	$X_{AAS} - X_{ICP}$
Mn	$X_{AAS} - X_{ICP}$
S	$S_{Spek} - X_{ICP}$
B	$B_{AH}, B_K, B_D, B_Q - X_{ICP}$
Na+K+Ca+Mg	$X_{Af} - X_{AAS}$ X_{AAS} X_{ICP}
Fe+Cu+Zn+Mn	X_{AAS} X_{ICP}

X_{Af} kantitatif element belirleme yönteminde alev fotometresi cihazı kullanılmaktadır. Alev fotometresi cihazlarında belirlenmek istenen her bir element için ayrı bir kalibrasyon ve numune okuma işleminin uygulanması gerekmektedir. Alev fotometre sistemleri Na, K ve Ca elementi belirlemelerinde çözeltilerin ilgili element ile cihaz ayar ve kalibrasyonun gerçekleştirilmesinden sonra element okumalarının ardışık olmayan kalibrasyon ve numune belirleme sırasına göre oluşan bir teknikle çalışmaktadırlar. X_{AAS} kantitatif element belirleme metodu da aynen X_{Af} metodunda gerçekleştirildiği şekilde ardışık olmayan kalibrasyon ve numune belirleme şeklinde gerçekleştirilmektedir. Bu nedenle söz konusu iki kantitatif element belirleme metodunda eğer çözelti içerisinde bulunan bitki besin elementlerinin birden fazlası belirlenmek istendiğinde bu iki yöntemin uygulanış tekniği açısından zaman kaybına neden olmaktadır. X_{ICP} kantitatif element belirleme tekniğinde ise çözeltilerde çoklu element belirlemelerinde X_{Af} ve X_{AAS} yöntemlerinde uygulandığı gibi her element için ayrı kalibrasyon ve ayrı okuma

⁷³ Ülkemizde ve dünyada genellikle bitki örneklerinde P, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn analizleri gerçekleştirilmektedir. Bu durumda $P_{Spek-VM} + X_{Af} + X_{AAS}$ veya yalnızca X_{ICP} ile gerçekleştirilen kantitatif element belirleme metotları kullanılmaktadır.

işlemlerinin yapılmasına gerek duyulmamaktadır. Söz konusu bu özellik X_{ICP} tekniğinin özellikle çözeltilerde birden fazla element okumalarına ihtiyaç duyulduğunda zaman tasarrufuna dolayısıyla maliyet avantajının oluşmasına neden olmaktadır. Kantitatif element belirleme teknikleri arasındaki element belirleme adedine göre oluşan ortalama toplam analiz maliyeti farklılıkları aşağıda Çizelge 4.264.'de verilmektedir.

Çizelge 4.264. Örnek çözeltilerinde kantitatif olarak belirlenmek istenen element sayısına göre kantitatif analiz metotlarının ortalama toplam analiz maliyetleri

Element Sayısı	Kantitatif Metot	TAM ⁷⁴ (TL/10 örnek)
1	X_{Af}	7,88
1	X_{AAS}	8,16
1	X_{ICP}	9,65
1	$P_{Spek-VM}$	9,15
1	S_{Spek}	16,74
1	B_{AH}	23,10
1	B_K	14,29
1	B_D	46,97
1	B_Q	13,96
4	X_{Af}	31,52
4	X_{AAS}	32,64
4	X_{ICP}	16,73
8	X_{Af}	63,04
8	X_{AAS}	65,28
8	X_{ICP}	23,81

Bitki örneklerine uygulanan yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda elde edilen çözeltilerde bir adet bitki besin elenti belirlemesi yapılmak istendiğinde X_{Af} yönteminin Na, K, Ca ve Mg nicel belirlemeleri için 7,88 TL ortalama toplam analiz maliyet miktarı ile en ekonomik yöntem olduğu belirlenmiştir⁷⁵. S_{Spek} metodu yalnızca çözeltilerde S elementi belirlemelerinde kullanılabilir bir metot olup ortalama toplam analiz maliyeti 16,74 TL'dir. $P_{Spek-VM}$ kantitatif P belirleme metodu çözeltilerde yalnızca P elementi nicel olarak belirlenebilmekte olup ortalama toplam analiz maliyeti 9,15 TL seviyesinde gerçekleşmektedir. Na, K, Ca ve Mg elementlerinden yalnızca bir adedinin X_{AAS} kantitatif element belirleme metodu ile belirlenmesi durumunda ortalama toplam analiz maliyetinin 8,16 TL olduğu aynı koşullarda X_{ICP} kantitatif element belirleme metodunun ortalama toplam analiz maliyetinin 9,65 TL olduğu tespit edilmiştir.

⁷⁴ Çizelgede toplam analiz maliyeti başlığı altında verilen ortalama toplam analiz maliyetinin içerisinde bitki örneklerinin yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması sonucunda meydana gelen ortalama toplam analiz maliyeti dâhil edilmemiştir.

⁷⁵ X_{Af} yöntemi yalnızca Na, K, Ca ve Mg belirlemeleri yapılmak istendiğinde diğer kantitatif metotlara nazaran en ekonomik yöntemdir.

Yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin gerçekleştirilmesi sonucunda elde edilen çözeltilerde B elementinin miktarı kantitatif olarak belirlendiğinde uygulanan B_{AH} metodunun 23,10 TL'lik, B_K metodunun 14,29 TL'lik, B_D metodunun 46,97 TL'lik ve B_Q metodunun 13,96 TL'lik ortalama toplam analiz maliyetine sahip olduğu belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar bu bilgiler ışığında değerlendirildiğinde; kantitatif element belirleme metotlarının seçilen elementin özelliği ve belirleme tekniğine bağlı olarak ortalama toplam analiz maliyetleri yönünden farklılıklar içerdiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.264.).

Bitki örneklerine uygulanan 6 farklı yakma yöntemi ve 3 farklı ekstraksiyon yöntemlerinin sonucunda elde edilen çözeltiler içerisinde bulunan bitki besin elementlerinin nicel olarak belirlenmesine yönelik uygulanan ve çözelti içerisinde tek bir elementin belirlenmesi için gerçekleştirilen kantitatif analiz metotlarından B_D metodunun en maliyetli metot olduğu, en ekonomik metodun ise X_{Af} metodu olduğu belirlenmiştir. Yakma/ekstraksiyon yöntemlerinin uygulanması ile elde edilen çözeltilerde uygun olan elementlerin uygun teknikler ile eşleştirilmek suretiyle gerçekleştirilen nicel analizlerinde çözelti içerisinde belirlenmek istenen element sayısı artışına paralel olarak X_{Af} ve X_{AAS} metotlarının TAM miktarlarının orantılı şekilde arttığı buna karşın X_{ICP} kantitatif element belirleme metodunun sözü edilen diğer iki kantitatif analiz metoduna kıyasla daha düşük miktardaki TAM miktarı nedeniyle maliyet yönünden avantajlı hale geldiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.264.).

Bitki örneklerinin yakma yöntemleri ile yakılmaları sonrasında elde edilen çözeltilerde bitki numunelerinin yakılması için kullanılan yakma yöntemi ile yakma sonucunda elde edilen çözeltide hangi sayıda bitki besin elementinin belirlenmesine karar verilmesi durumuna bağlı olarak TAM miktarlarında doğal olarak farklılıklar meydana gelmektedir. Normal koşullar altında bir bitki analiz raporunda N, P, K, Na, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn ve Mn sonuçlarının bulunması gerekmektedir. Müşterinin talep ve isteklerine bağlı olarak ve özel koşullar altında sonuçlara S ve B elementlerinin sonuçları da eklenmektedir. Bu çerçevede gerçekleştirilen analizler doğrultusunda elde edilmiş olan TAM miktarlarına ait veriler Çizelge 4.265. ve Çizelge 4.266.'da verilmektedir.

Çizelge 4.265. Çözelti içerisinde en fazla adette bitki besin elementinin nicel olarak belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilebilecek olası yakma yöntemi ve nicel element belirleme metodu eşleşmeleri ve maliyetleri

Yakma Yöntemi	Belirlenebilen Bitki Besin Elementleri	Kantitatif Metot/lar Kombinasyonları	TAM (TL/10 örnek)
AYY(180^oC) _{HNO3Cl} ve AYY(180> <sup>o< sup>c)<sub="">HNO3Cl</sup>o<>	Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, S, B (11)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$ ⁷⁶	145,88
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$	146,72
		X_{ICP}	58,62
AYY _{Se}	Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, S, B (11)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$	135,05
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$	135,89
		X_{ICP}	47,79
MD _{HNO3}	Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, S, B (11)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$	134,92
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek} + B_{AH}$	135,76
		X_{ICP}	47,66
KY ₆₀₀	Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, B (10)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + B_{AH}$	129,90
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM} + B_{AH}$	130,74
		X_{ICP}	42,64
KY ₉₀₀	Na, K, P, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, B (10)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-MvFS} + B_{AH}$	129,96
		$X_{AAS} + P_{Spek-MvFS} + B_{AH}$	130,8
		X_{ICP}	42,70

Çizelge 4.264. ve Çizelge 4.265.'de sunulan veriler birlikte değerlendirilecek olursa; Hangi yakma veya ekstraksiyon yöntemi seçilirse seçilsin en ekonomik yöntem ve metot eşleşmesinin X_{ICP} metodu ile gerçekleştirilen kombinasyonlarda elde edildiği görülmektedir. Bitki analizleri gerçekleştirilme amaçlarına uygun olarak numunelerin alındığı bitkilerin bitki besleme yönünden beslenme durumlarının belirlenmesine yönelik olarak mümkün olduğu sürece en fazla sayıda bitki besin elementinin sonucunun alınmasını temel prensip olarak kabul ettiği bilinmektedir. Bu prensip çerçevesinde özellikle çözeltilerde çoklu element analizleri gerçekleştirilmek istediğinde daha da önemli bir unsur olarak karşımıza çıkmaktadır. Bitki örneklerinin 6 farklı yakma yönteminin kullanılması

⁷⁶ Bitki örneklerinin yakılması sonrasında elde edilen çözeltilerde B elementinin nicel olarak belirlenmesinde en çok tercih edilen Azometin-H ile renklendirme metodu (B_{AH}) eşleşmelerde kullanılmıştır.

sonrasında elde edilen çözeltilerde gerçekleştirilen kantitatif element belirleme metotlarına ait yöntem-metot eşleşmeleri TAM miktarları yönünden değerlendirildiğinde ise; En ekonomik yöntem-metot eşleşmesinin X_{ICP} kantitatif element belirleme metodu kullanılması durumunda 47,66 TL'lik TAM miktarıyla $MD_{HNO_3} + X_{ICP}$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu, en maliyetli yöntem-metot eşleşmesinin ise 145,88 TL'lik TAM miktarıyla $YYY(180<^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$ ve $YYY(180>^{\circ}C)_{HNO_3Cl} + (X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek-Ba} + B_{AH})$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu belirlenmiştir (Bkz. Çizelge 4.264.).

Bitki örneklerinin 3 farklı ekstraksiyon yönteminin kullanılması sonrasında elde edilen çözeltilerde gerçekleştirilen kantitatif element belirleme metotlarına ait yöntem-metot eşleşmeleri TAM miktarları bakımından değerlendirildiğinde ise; En ekonomik yöntem-metot eşleşmesinin X_{ICP} kantitatif element belirleme metodu kullanılması durumunda 47,66 TL'lik TAM miktarıyla $MD_{HNO_3} + X_{ICP}$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu, en maliyetli yöntem-metot eşleşmesinin ise 145,88 TL'lik TAM miktarıyla $YYY(180<^{\circ}C)_{HNO_3Cl}$ ve $YYY(180>^{\circ}C)_{HNO_3Cl} + (X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM} + S_{Spek-Ba} + B_{AH})$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu belirlenmiştir.

Bitki örneklerinin 3 farklı bitki ekstraksiyon yönteminin kullanılması sonrasında elde edilen çözeltilerde gerçekleştirilen kantitatif element belirleme metotlarına ait yöntem-metot eşleşmeleri ortalama toplam analiz maliyeti yönünden değerlendirildiğinde; En ekonomik yöntem-metot eşleşmesinin X_{ICP} kantitatif element belirleme metodu kullanılması durumunda 32,14 TL'lik TAM miktarıyla $Ek_{SH_2O} + X_{ICP}$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu, en maliyetli yöntem-metot eşleşmesinin 40,41 TL'lik TAM miktarıyla $Ek_{SHOAc} + X_{ICP}$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu belirlenmiştir. TAM miktarı bakımından en maliyetli yöntem-metot eşleşmesi 82,87 TL'lik TAM miktarıyla $Ek_{SHOAc} + (X_{ASS} + P_{Spek-VM})$ yöntem-metot eşleşmesine ait olduğu tespit edilmiştir (Bkz. Çizelge 4.265.).

Çizelge 4.266. Çözelti içerisinde en fazla adette bitki besin elementinin nicel olarak belirlenebilmesi amacıyla gerçekleştirilebilecek olası yakma yöntemi ve nicel element belirleme metodu eşleşmeleri ve maliyetleri

Ekstraksiyon Yöntemi	Belirlenebilen Bitki Besin Elementleri	Kantitatif Metot/lar	TAM (TL/10 örnek)
Ek _{SH₂O}	P, K, Ca, Mg (4)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM}$	48,48
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM}$	33,63
		X_{ICP}	32,14
Ek _{SHOAc}	P, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn (8)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM}$	82,31
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM}$	82,87
		X_{ICP}	40,41
Ek _{SHCl}	P, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn (8)	$X_{Af} + X_{ASS} + P_{Spek-VM}$	80,50
		$X_{AAS} + P_{Spek-VM}$	81,06
		X_{ICP}	38,60

4.4. Toprak ve Bitki Analizleri Öncesinde Kullanılan Kurutma Yöntemlerinin Uygulanma Maliyetleri Bakımından Karşılaştırılması

4.4.1. Toprak Örneklerinin Analize Hazır Hale Getirilmesi:

Araziden veya alandan toprak örneği alma usul ve esaslarına uygun olarak alınarak laboratuvar analizlerinde kullanılmak üzere laboratuvara getirilen toprak örnekleri kurutma, parçalanma ve elenme işlemlerine tabi tutulduktan sonra hedeflenen özelliğin belirlenmesine yönelik olarak seçilen analiz yöntem ve metotları ile analiz edilmektedir⁷⁷. Arazi şartlarında alınarak laboratuvara transfer edilen toprak örneklerinin kurtulması aşamasında 2 farklı kurutma yöntemi kullanılmaktadır. Bunlardan birincisi uygun şartlar altında toprak numunelerini numunelerin özelliklerini değiştirmeyecek özellikteki doğrudan güneş ışığının numuneler üzerine gelmediği özel olarak bu iş için hazırlanmış ortamlarda hava kurusu terimi ile tanımlanan kurutma işlemine tabi tutulmuştur⁷⁸. Uygulanan ikinci toprak kurutma yöntemi ise sıcaklığı 35-40 °C'ye ayarlanmış olan kurutma fırınları (etüv) içerisinde numunelerin kurutulması şeklinde gerçekleşmiştir⁷⁹. TK_{Hava} ve TK_{Etüv} yöntemlerinde yalnızca toprak numunelerinin kurutulması işleminden ibaret değildir. Hangi yöntem uygulanmış olursa olsun kurutma işlemi öncesinde toprak numunelerinin kurutulması aşamasından önce uygulanan ve ön hazırlık işlemleri⁸⁰ olarak ifade edilen aşamaları mevcuttur. Toprak numunelerinin kurutulması işlemi tamamlandıktan sonrada dövme ve eleme hazırlıklarını içeren final işlemlerini⁸¹ barındırmaktadır. TK_{Hava} ve TK_{Etüv} yöntemleri şeklinde ifade edilen yöntemlerin her biri kendi içerisinde ön hazırlık ve final işlemlerini barındırmaktadır.

2 farklı kurutma yöntemi ile analize hazır hale getirilen toprak numunelerinin hazırlanmasında gerçekleştirilen iş ve işlemler sonucunda meydana gelen TAM miktarları Çizelge 4.267.'de bir araya getirilmiştir.

⁷⁷ Çalışmalar 34 farklı bağ alanlarından alınan 0-30 cm ve 30-60 cm derinliklerde alınan toprak örnekleri üzerinde gerçekleştirilmiştir.

⁷⁸ TK_{Hava}

⁷⁹ TK_{Etüv}

⁸⁰ Sıralama, torbadan çıkarma, keseklerin parçalanması, etüve koyma ve aktarma gibi işlemleri içermektedir.

⁸¹ Dövme, parçalama, 2 mm elekten eleme, poşetleme ve etiketleme gibi işlemlerden oluşmaktadır.

Çizelge 4.267. 2 farklı toprak örneği kurutma yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilen iş ve işlemlere ait maliyetler (10 örnek)

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
TK _{Hava} ⁸²	83	42,58	0,00	0,00	0,00	42,58
TK _{Etüv} ⁸³	76	38,99	0,00	2,95	0,30	42,24

TK_{Hava} ve TK_{Etüv} yöntemleri TAM miktarları yönünden karşılaştırıldığında; TK_{Hava} yönteminin TAM miktarının 42,58 TL olduğu, TK_{Etüv} yönteminin ise TAM miktarının 42,24 TL olduğu belirlenmiştir. TK_{Etüv} yönteminde etüv kullanılması bir enerji ve amortisman maliyeti oluşturmaya rağmen ortalama işçilik süresi açısından avantajlı bir yöntem özelliği gösterdiği görülmektedir (Bkz. Çizelge 4.267.). TK_{Etüv} yönteminde İM miktarı 38,99 TL iken bu maliyet TK_{Hava} yönteminde 42,58 TL değerinde bulunmuştur. TK_{Hava} yönteminde İM miktarının TK_{Etüv} yöntemine göre yüksek çıkmasındaki en etkili faktör ortalama 10 günlük hava kurusu hale getirme işlemi sırasında zaman zaman gerçekleştirilmek zorunda kalınan toprak numunelerinin serildiği alanlarda çevrilmesi aktarılması işlemleri için harcanan süreden kaynaklanmaktadır. İki yöntem arasında oluşan bu ortalama İM miktarındaki fark 3,59 TL olarak bulunmuştur. TK_{Etüv} yönteminde etüv kullanılması nedeniyle meydana gelen enerji tüketimi EM miktarının oluşmasına ve dolayısıyla AM değerinin meydana gelmesine neden olmaktadır. EM ve AM miktarları birbiri ile toplandığında⁸⁴ iki yöntem arasında 3,25 TL'lik bir maliyet farkı ortaya çıkmaktadır. TK_{Etüv} aleyhinde oluşan 3,25 TL'lik maliyet farkı TK_{Hava} yönteminde oluşan 3,59 TL'lik ortalama işçilik maliyeti ile birleşmesine rağmen; TK_{Etüv} yönteminde kullanılan enerji ve kullanılan cihazın amortisman maliyetinden kaynaklanan maliyetler olmasına rağmen TK_{Etüv} yönteminin uygulanmasının TK_{Hava} yönteminin uygulanmasına karşın daha ekonomik bir yöntem olduğu belirlenmiştir⁸⁵.

⁸² TK_{Hava} yöntemi ile toprak örneklerinin hazırlanması işleminde numunelerin kurutulması için gereken süre hava koşullarına bağlı olarak değişim göstermektedir. Kış aylarında gerçekleştirilen bir kurutma işlemi ortalama 25-30 gün sürmektedir. Yaz aylarında ise bu süre 5-10 güne kadar düşebilmektedir. Bu nedenle uygulamaların maliyet hesaplamasında toprak örneklerinin TK_{Hava} yönteminde kurutma süresi olarak 10 günlük süre ortalama değer olarak alınmıştır.

⁸³ TK_{Etüv} yönteminde etüvde 35-40 °C'de kurutma süresi olarak 3 günlük kurutma süresi temel alınmış ve uygulamaların ortalama maliyetleri bu değerler kullanılarak hesaplanmıştır.

⁸⁴ 2,95 TL + 0,30 TL = 3,25 TL

⁸⁵ TK_{Etüv} yöntemi toplam 3 günlük bir süre içerisinde tamamlanmaktadır. TK_{Hava} yönteminde işlemlerin tamamen tamamlanması ortalama 10 gün sürmektedir. TK_{Hava} yönteminde hava kurusu hale getirme aşaması işçilik açısından pasif bir aşama olmasına karşın numunelerin analizleri öncesinde bu sürenin beklenmek zorunda kalınması TK_{Hava} yönteminin önemli dezavantajlarından birini oluşturmaktadır.

4.4.2. Bitki Örneklerinin Analize Hazır Hale Getirilmesi:

Bitki örneklerinin üzerinde gerçekleştirilecek laboratuvar analizlerinin gerçekleştirilebilmesi için araziden usulüne uygun şekilde alınan ve laboratuvara buz çantası içerisinde transfer edilen yaprak örnekleri zaman kaybetmeksizin saf su ile yıkanmış, kurutma kâğıdı fazla nemi alınmış ve kurutma işlemlerine başlanmıştır. Bitki numunelerinin kurutulmasına yönelik olarak 2 farklı kurutma işlemi uygulanmıştır. Bunlar bitki numunelerinin etüvde kurutulması⁸⁶ ve bitki numunelerinin mikro dalga fırında kurutulması⁸⁷ şeklinde uygulanmıştır⁸⁸.

Hangi bitki örneği kurutma yöntemi uygulanmış olursa olsun kurutma işlemi öncesinde bitki örneklerinin kurutulması aşamalarından önce ve sonrasında uygulanan ve ön hazırlık ve final işlemlerinde uygulanan faaliyetler gerçekleştirilmiştir. Bitki örneklerinin kurutulması işlemi tamamlandıktan sonra öğütme işlemlerinin olduğu final işlemleri uygulanmıştır. 2 farklı kurutma yöntemi ile analize hazır hale getirilen bitki örneklerinin hazırlanmasında gerçekleştirilen iş ve işlemler ile birlikte oluşan girdi maliyetlerinin durumu Çizelge 4.250.'de verilmektedir.

BK_{Etüv} ve BK_{MD} yöntemleri TAM miktarları yönünden karşılaştırıldığında; BK_{Etüv} yönteminin TAM miktarının 37,86 TL olduğu, BK_{MD} yönteminin ise TAM miktarının 43,93 TL olduğu belirlenmiştir. BK_{Etüv} yönteminde etüv kullanılması bir enerji (EM) ve amortisman maliyeti (AM) oluşturmaya rağmen İM miktarı dolayısıyla AaS süresi açısından avantajlı bir yöntem özelliği göstermektedir. BK_{Etüv} yönteminde İM miktarı 35,65 TL iken bu maliyet BK_{MD} yönteminde 43,86 TL değerinde bulunmuştur. BK_{MD} yönteminde İM miktarının BK_{Etüv} yöntemine göre yüksek çıkmasındaki en etkili faktör mikro dalga sisteminde bitki örneklerinin aynı anda kurutulamamasından kaynaklanmaktadır⁸⁹. İki yöntem arasında oluşan bu İM miktarı farkı 8,21 TL'dir. BK_{Etüv} yönteminin uygulanmasında etüv kullanılması nedeniyle meydana gelen EM ve AM miktarları birbiri ile toplandığında iki yöntem arasında BK_{Etüv} yönteminin aleyhine olacak şekilde 2,14 TL'lik bir maliyet farkı ortaya çıkmaktadır⁹⁰. BK_{Etüv} aleyhinde oluşan 2,14 TL'lik maliyet farkı BK_{MD} yönteminde oluşan 8,21 TL'lik İM miktarı ile birlikte

⁸⁶ Kurutma süresi olarak 48 saat uygulama yapılmıştır. Etüv sıcaklığı 70 °C olarak ayarlanmıştır.

⁸⁷ Kurutma süresi olarak 4 dakika, 15 W/gr mikro dalga gücünde uygulama yapılmıştır.

⁸⁸ Bitki numunelerinin etüv yardımıyla hazırlanması yöntemi BK_{Etüv} kısaltması ile bitki numunelerinin mikro dalga fırını yardımıyla kurutulması yöntemi BK_{MD} kısaltması ile simgelenmektedir.

⁸⁹ Çalışmada kullanılan mikro dalga fırınında bir seferde bir bitki örneği ile çalışma yapılmıştır.

⁹⁰ (1,98 TL + 0,23 TL) – (0,03 TL + 0,04 TL) = 2,14 TL

değerlendirildiğinde; $BK_{Etüv}$ yönteminin BK_{MD} yöntemine kıyasla daha ekonomik bir yöntem olduğu görülmektedir (Çizelge 4.268.).

Çizelge 4.268. İki farklı bitki örneği kurutma yönteminin uygulanması sırasında gerçekleştirilen iş ve işlemler ile birlikte harcanan girdi maliyetleri

Yöntem	AaS (dk)	İM (TL)	KMM (TL)	AM (TL)	EM (TL)	TAM (TL)
$BK_{Etüv}$	69,5	35,65	0,00	1,98	0,23	37,86
TK_{MD}	85,5	43,86	0,00	0,03	0,04	43,93

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Araştırmada elde edilen sonuçlar ve bu sonuçların ışığında yapılabilecek öneriler aşağıda sıralanmıştır.

1- Toprak analizlerinde aynı parametre /element için kullanılan ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli farklılıklar bulunmaktadır.

2- Toprak analiz yöntemlerinde aynı parametre/element için kullanılan farklı kantitatif ölçüm yöntemleri arasında genelde önemli farklılıklar bulunmamaktadır (Ca hariç).

3- Toprak analiz yöntemleri arasında maliyet açısından önemli farklılıklar bulunmaktadır. Maliyetler ekstraksiyon yöntemine (tekli veya multi element ekstraksiyonu) ve kantitatif ölçüm (tayin) yöntemine (Spektrofometrik, Alev Fotometresi, Alevli-AAS veya ICP-OES) göre değişmektedir.

4- Bitki analizlerinde bir besin elementi için uygulanan örnek hazırlama (yakma veya ekstraksiyon) yöntemleri arasında kimi farklılıklar bulunmaktadır.

5- Bitki analizlerinde bir elementi için kullanılan farklı kantitatif ölçüm yöntemleri arasında genelde önemli farklılıklar bulunmamaktadır.

6- Bitki analizlerinde maliyetler örnek hazırlama ve ölçüm yöntemlerine göre değişiklik göstermektedir.

7- Toprakta pH analiz yöntemleri arasında fark bulunmaktadır. pH ile birlikte EC ölçümü yapılması düşünüldüğünde 1:1 oranı ile hazırlanan toprak:su süspansiyonlarının yöntem olarak tercih edilebileceği düşünülmektedir.

8- Toprakta kireç analiz yöntemleri genelde benzer sonuçlar vermektedir.

9- Gediz havzası bağ topraklarının (alüviyal) toplam kireç içeriklerinin yaklaşık %60-62'si aktif kireç formundadır. Bu durum, Gediz havzasında yeni bağ tesislerinde, anaç seçimi için toplam kireç analizlerinden, aktif kireç miktarının yaklaşık ne olabileceğini tahminlemede kullanılabilir. Toplam kireç analiz sonuçlarından, aktif kireç miktarının tahminlenmesinin pratikte çok yararlı olacağı düşünülmektedir.

10- Toprakta Organik madde (organik C) analiz yöntemleri arasında önemli fark bulunmamıştır. Uygulama kolaylığı ve çevre kirliliği riski dikkate alındığında; Walkley Black yönteminin spektrofotometrik versiyonun ($TOC_{wb-spek}$) tercih sebebe olabileceği düşünülmektedir.

11- KDK (Kasyon Değişim Kapasitesi) analizlerinde ekstraksiyon yöntemine göre farklılıklar görülmektedir.

11- Toprakta toplam N analizlerinde direkt uygulanan kantitatif yöntemler (Dumas ve Kjeldahl) yöntemleri arasında önemli bir fark bulunmamaktadır. Bununla birlikte TOC, humus vb. analizler üzerinden dolaylı olarak yapılan toplam N öngörülerinde (hesaplamalarında) sapmalar olabileceği görülmüştür.

12- Toprakta inorganik N (NO_3-N ve NH_4-N) analizlerinde ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli fark bulunmaktadır. Kantitatif ölçüm yöntemleri (farklı spektrofotometrik yöntemler) arasında önemli bir olmadığı bulunmuştur.

13- Toprakta alınabilir P, K, Ca, Mg, Na, Fe, Zn, Mn, Cu, B, ve S analizlerinde farklılıklar ekstraksiyon yöntemlerine bağlı olarak ortaya çıkmaktadır. Kantitatif ölçüm (tayin) yöntemleri arasında genelde (S hariç) önemli fark bulunmamaktadır.

16- Toprak verimlilik analizlerinin yapılmasına yönelik olarak kurulacak bir laboratuvarın alet ekipman varlığının belirlenmesi öncesinde usulüne uygun bir ön fizibilite yapılmasının, analizi planlanan parametrelerin ve birim zamanda yapılması istenen örnek sayısının göz önünde bulundurulması ile cihaz, alet ve ekipman seçiminin yapılmasının planlanmasının yararlı olacağı düşünülmektedir. Söz konusu planlamalarda çalışmada bulunan ve sunulan analitik yöntem ve metot seçimleri sırasında ve aynı zamanda elde edilen maliyet verilerinin de kullanılmasında yarar görüleceği düşünülmektedir.

17- 1. Ülkemizde uygulanan toprak ve bitki analizleri sırasında laboratuvarların ihtiyaç duyduğu sertifikalı örnek ihtiyacının karşılanmasına yönelik çalışmaların yapılması gerektiği, tarımsal amaçla faaliyet gösteren özel ve tüzel tüm laboratuvarların standardizasyonu için özel bir standardın hazırlanmasının önemli olduğu, toprak ve bitki analizleri konusunda faaliyet gösteren laboratuvarlarda istihdam edilecek tüm personelin eğitimlerinin tüm yönleriyle yeniden planlanması ve bu konuda hazırlanacak özel programlar ile

yetiřtirilmesinin ok nemli olduėu, sz konusu personelin eėitimi iin Ziraat Faklteleri bnyesinde bulunan Toprak ve Bitki Besleme Blmlerinde zel programların aılmasının nemli olduėu, lkemizde faaliyet gstermekte olan Ziraat Fakltelerinden birinde seilecek Toprak ve Bitki Besleme blmlerinden birisinin hem zel eėitim mfredatı ile eėitim vermesinin saėlanması ham de referans laboratuvar olarak tm lkeye yn vermesinin yararlı olacaėı dřnlmektedir.

18- Toprak ve bitki rneklerinin analizinde kullanılan terminolojinin yeknesak hale getirilmesi iin gerekli alıřmaların bařlatılmasının bu erevede kimya ve ziraat alanında aynı konularda alıřan aktrlerin bir araya gelmek suretiyle ortak bir dil ve terminoloji zerinde anlařılmasının yararlı olacaėı dřnlmektedir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Abreu, C. A., Van Raij, B., Gabe, U., Abreu, M. F., and Paz-Gonzalez, A.,** 2002, Efficiency of multinutrient extractants for the determining of available zinc in soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 33: 3313-3324p.
- Adesanwo, O. O., Ige, D. V., Thibault, L., Flaten, D., and Akinremi, W.,** 2013, Comparison of Colorimetric and ICP Methods of Phosphorus Determination in Soil Extracts, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 44:21, 3061-3075, DOI: 10.1080/00103624.2013.832771.
- Adler, P. R., and Wilcox, G. E.,** 1985, Rapid perchloric acid digest methods for analysis of major elements in plant tissue, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 16:11, 1153-1163p.
- Ahmad, W., Niaz, A., Zia Saifullah, M. H., and Malhi, S. S.,** 2012, Boron deficiency in soils and crops: A review. In *Crop Plant*, ed. Dr. Aakash Goyal. ISBN: 978-953-51-0527-5. Rijeka, Croatia: InTech. Available from: <http://www.intechopen.com/books/crop-plant/boron-deficiency-in-soils-and-crops-a-review>.
- AkzoNobel,** 2015, Chelates Product Guide, Akzo Nobel Funtional Hemicals B. V., 2015, 13p.
- Alavi Panah, S.K., and De Dapper, M.,** 2001, Characterization of some soil salinity parameters in the playa margin (case study: Yazd Province). *Iran Agricultural Research*, 20: 189-200p.
- Alban, L. A., and Kellogg, M.,** 1959, Methods of Soil Analysis (as Used in the OSC Soil Testing Laboratory), Miscellaneous Paper 65, Agricultural Experiment Station, Oregon State College, Corvallis, USA, 1959, 9p.
- Alford, W. L.,** 1952, Microdetermination of nitrogen in organic compounds. *Anal. Chem.*
- Alistair, F.,** 1979, *Pitty Geography and soil properties*, Taylor and Francis.
- Allen, E. R., Johnson, G. V., and Unruh, L. G.,** 1994, Current Approches to Soil Testing Methods: Problems and Solutions. In: *Soil Testing: Prospects for Improving Nutrient Reccomendations*. Eds: Havlin, J. L. and Jacobsen, J. S.). SSSA Special Pub. No: 40:203-220.
- Allison, L. E.,** 1960, Wet-combustion apparatus and procedure for organic and inorganic C in soil. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 24:36-40.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Altınbaş, Ü., Çengel, M., Uysal, H., Okur, B., Okur, N., Kurucu, Y. ve Delibacak, S.,** 2004, Toprak Bilimi. E. Ü. Ziraat Fakültesi, Toprak Bölümü, E. Ü. Z. F. Yayınları No: 557.
- Alva, A. K.,** 1993, Comparison of mehlich 3, mehlich 1, ammonium bicarbonate-DTPA, 1.0M ammonium acetate, and 0.2M ammonium chloride for extraction of calcium, magnesium, phosphorus, and potassium for a wide range of soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 24:7-8, 603-612, DOI: 10.1080/00103629309368826.
- Amin, S. M. R. ve Kacar, B.,** 1985, Trakya Bölgesi Meriç Havzası topraklarının kükürt durumu ve bu topraklarda bitkiye yarayışlı kükürt miktarının belirlenmesinde uygulanacak yöntemler üzerinde bir araştırma, Doğa Bilim Dergisi Seri-D2 (Tarım ve Ormancılık), Ankara, 1985, cilt: 9, sayı: 1,62-71s.
- Anderson, J. H.; Ingram, J. S. I.,** 1993, Soil Organic Matter and Organic Carbon. In Tropical Soil Biology and Fertility: A Handbook of Methods; 2nd Ed.; CAB International: Oxford, UK, 1993; 62–68.
- Anderson, M. S.,** 1960, History and Development of Soil Testing. J. Agric. Food Chem. 8: 84-87.
- Andrade Korn, M. D. G., Da Boa Morte, E. S., Batista Dos Santos, D. C. M., Castro, J. T., Barbosa, J. T. P., Teixeira, A. P. Fernandes, A. P., Welz, B., Dos Santos, W. P. C., Nunes Dos Santos, E. B. G., and Korn, M.,** 2008, Sample preparation for the determination of metals in food samples using spectroanalytical methods—A review. Applied Spectroscopy Reviews 43 (2):67–92. doi:10.1080/05704920701723980.
- Anonim,** 2000, Soil Analysis Handbook of Reference Methods. Soil and Plant Analysis Council Inc. CRC Press Boca Raton. 247pp.
- Aras, A.,** 1988, Tarım Muhasebesi, E. Ü. Z. F. Yayın No: 486, İzmir.
- Armstrong, D. L., Agerton, B., and Santford, M.,** 1984, (Ed.) The Diagnostic approach. In: Patash and Phosphate Inst. Publ. Better Crops with Plant Food. Atlanta. USA.
- Arnold, P.W.,** 1958, Potassium uptake by cation-exchange resins from soils and minerals, Nature, 182:1594-1595p.
- Atalay, İ. Z. ve Anaç, D.,** 1991, Salihli Bağlarının Beslenme Durumunun Toprak Ve Bitki Analizleri İle İncelenmesi, Tübitak, Proje No: Toag-659.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Atalay, İ. Z.**, 1977, İzmir ve Manisa Bölgesi Çekirdeksiz üzüm Bağlarında Bitki Besini Olarak Azot, Fosfor, Potasyum, Kalsiyum ve Magnezyum Toprak-Bitki İlişkilerine Dair Bir Araştırma. E.Ü. Ziraat Fakültesi Yayın no:345, 159 sayfa.
- Atalay, İ. Z.**, 1982, Gediz Havzası Alüviyal Topraklarının Potasyum Durumu ve Bu Topraklarda Alınabilir potasyum Miktarlılarının Tayininde Kullanılacak Yöntemler Üzerine Bir Araştırma. E. Ü. Zir. Fak., Toprak bölümü, İzmir (Doç. Tezi).
- Atalay, İ. Z., Kılınç, R., Anaç, D. ve Yokaş, İ.**, 1986, Gediz Havzası Rendzina Topraklarının Potasyum Durumu ve Bu Topraklarda Alınabilir Potasyum Miktarının Tayininde Kullanılacak Yöntemler. Bilgehan Basımevi-İzmir, 22 sayfa.
- Ateş, F., Kuştutan, F., Dardeniz, A. ve Yüksel, S.**, 2016, Alaşehir’de (Manisa) Mevlâna Üzüm Çeşidi Yetiştirilen Bağ Topraklarının Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi, ÇOMÜ Zir. Fak. Derg. (COMU J. Agric. Fac.), 2016: 4 (2): 37-43s.
- Aydın, Ş., Yağmur, B. ve Çoban, H.**, 2005, Bağda Yapraktan KNO₃ Uygulamalarının Yapraktaki Besin Element İçeriklerine Etkisi, Ege Üniv. Ziraat Fak. Derg., 2005, 42(1):167-177s.
- Azcue, J., and Mudroch, A.**, 1994, Comparison of Different Washing, Ashing, and Digestion Methods for the Analysis of Trace Elements in Vegetation, International Journal of Environmental Analytical Chemistry, 57:2, 151-162, DOI: 10.1080/03067319408027420.
- Baethgen, W. E., and Alley, M. M.**, 1989, A manual colorimetric procedure for measuring ammonium nitrogen in soil and plant Kjeldahl digests, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 20:9-10, 961-969, DOI: 10.1080/00103628909368129.
- Baethgen, W., and Marcus, A.**, 1989, A manual colorimetric procedure for measuring ammonium nitrogen in soil and plant Kjeldahl digests DOI: 10.1080/00103628909368129. Communications in Soil Science and Plant Analysis.
- Bahadori, M., and Tofighi, H.**, 2015, A Modified Walkley-Black Method Based on Spectrophotometric Procedure, Communications in Soil Science and Plant Analysis, DOI: 10.1080/00103624.2015.1118118.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Baker, A. S.**, 1967, Colorimetric determination of nitrate in soil and plant extracts with brucine. *J. Agric. Food Chem.* 15:802-806.
- Baker, D. E., et al.**, 1964, *Agron. J.* 56, 133-136 (1964).
- Ball, D. F.**, 1964, Loss on ignition as an estimate of organic matter and organic carbon in non-calcareous soils. *J. Soil Sci.* 15:84-92.
- Banuelos, G. S., and Akohoue, S.**, 1994, Comparison of microwave digestion with block digestion for selenium and boron analysis in plant tissues, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 25:9-10, 1655-1670.
- Banuelos, G. S., Cardon, G., Pflaum, T., and Akohoue, S.**, 1992, Comparison of dry ashing and wet acid digestion on the determination of boron in plant tissue, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 23:17-20, 2383-2397, DOI: 10.1080/ 00103629209368745.
- Barrow, N. J.**, 1961, Studies on mineralization of sulphur from soil organic matter. *Aust. J. Agric. Res.* 12:306-319.
- Barshad, I.**, 1954a, *Soil Sci.* 77, 463p.
- Barshad, I.**, 1954b, *Soil Sci.* 78, 57p.
- Barshad, I.**, 1964, *Chemistry of Soil Development in Bear. F. E.: Chemistry of Soil.* 2. Aufl. Reinhold Publ. Corp. New York.
- Barton, C. J.**, 1948, Photometric Analysis of Phosphate Rock. *Analytical Chemistry* 1948 20 (11), 1068-1073. DOI: 10.1021/ac60023a024.
- Bascomb, G.L.**, 1964, Rapid method for the determination of cation exchange capacity of calcareous and non-calcareous soils. *J. Sc. Food Agric.* 15:821-823.
- Basson, W. D., Böhmer, R. G., and Stanton, D. A.**, 1969, An automated procedure for the determination of boron in plant tissue. *Analyst* 94:1135-1141.
- Başar, H.**, 1995, Şeftali ağaçlarında görülen demir klorunun değerlendirilmesinde çeşitli analiz yöntemlerinin karşılaştırılması. Doktora Tezi.
- Bates, T. E.**, 1990, Prediction of phosphorus availability from 88 Ontario soils using five phosphorus soil tests, *Communication in Soil Science and Plant Analysis* 21, 1009-1023p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Beaton, J.D., Burns, G.R., and Platou, J.,** 1968, Determination of Sulphur in Soils and Plant Material. Tech. Bull. No. 14. The Sulphur Institute, Washington, DC.
- Becker, K. W.,** 1987, Ein Vergleich der Methoden zur Bestimmung von NH_4^+ und NO_3^- an Bodenproben verschiedene Extraktionsmittel und Bestimmungsverfahren. Mitt. Dtsch. Bodenkundl. Gesellsch. 55, 567-571p.
- Beecher, G. R., and Whitten, B.K.,** 1970, Anal. Bioch. 36: 243-246p.
- Beegle, D. B., and Oravec, T. C.,** 1990, Comparison of field calibrations for Mehlich 3 P and K with Bray-Kurtz P1 and ammonium acetate K. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 21: 1025-1036p.
- Behan, M. J., and Kincaide, T.,** 1970, Rapid wet ash digestion of coniferous foliage for analysis of K, P, Ca, and Mg. Mont. For. Conserv. Exp. St. Bull. 39:1-7. School of Forestry, Univ. Of Montana, Missoula.
- Bennett, J. P.,** 1945, Iron in leaves. Soil Sci.60, 91–95.
- Berger, K. C., and Truog, E.** 1939, Boron determination in soils and plants. Ind. Eng. Chern. Anal. Ed. 11:540-545.
- Berger, K. C., and Truog, E.,** 1939, Boron determination in soil and plants. Ind. Eng. Chem. Analy. Ed. 11: 540-545.
- Berger, K. C., and Truog, E.,** 1939, Boron determination in soils and plants. Industrial and Engineering Chemistry, Analytical Edition 11:540–545.
- Berger, K. C., and Truog, E.,** 1944, Soil Sci 57:25.
- Berger, K. C., and Truog, E.,** 1939, Boron determination in soils and plants. Ind. Eng. Chern. Anal. Ed. 11:540-545.
- Bergmann, E., und Bergmann, W.,** 1985, Vergleichsdiagramme von Pflanzen/Blattanaylsen zur Übersichtlichen Darstellungen des Mineralstoffgehaltes Landwirtschaftlicher Nutzpflanzen. Intern. Kali-Briefe, Fachg. 5, 52. Folge, Nr. 2:1-11.
- Bergmann, W.,** 1972, Aufgaben, Möglichkeiten und Grenzen der Pflanzenanalyse bei der Ermittlung der Nährstoff-bzw. Düngerbedürftigkeit Landwirtschaftlicher Kulturpflanzen-Übersichtsbeitrag. Arch. Acker-u. Pflanzenb. u. Bodenkde. 16:71-87.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Bergmann, W.**, 1983, 1988, Ernährungstörungen bei Kulturpflanzen. 1. Und 2. Auflage. WEB Gustav Fischer Verlag, Jena.
- Bergmann, W.**, 1990, Die Ermittlung der Nährstoff-und Düngerbedürftigkeit von Böden und Pflanzen aus Historischer Sicht. Publ. Inst. Für Pflanzenernährung und Ökotoxikologie Jena, 1990:128 s.
- Bergmann, W., Fleischmann, C., Seliger, S.**, 1983, Sparsame und Gezielte Stickstoffdüngung in Rasengemulchten Obstanlagen. İga-Empfehlungen für die Praxis, Erfurt, 1-10.
- Bergmann, W., Neubert, P.**, 1976, Pflanzendiagnose und Pflanzenanalyse. WEB Gustav Fischer, Jena.
- Bergmann, W., und Bergmann, E.**, 1984a, Bedarfgerechter und Effektiver Düngemittleinsatz im İntensiven Obst-, Gemüse- und Zierpflanzenbau Durch Kontrolle der Nährstoffversorgung des Bezirkes Erfurt, 1-30.
- Bergmann, W., und Bergmann, E.**, 1984b, Diagnose von Ernährungsstörungen bei Kulturpflanzen. Feldwirtschaft 25, H. 10: 461 bis 464.
- Berner, D. L.; Brown, J.**, 1994, Protein Combustion Method Collaborative Study I. Comparison with Smalley Total Kjeldahl Nitrogen and Combustion Results. J. Am. Oil Chem. Soc. 1994, 71, 1291–1293.
- Best, E. K.**, 1976, An automated method for determining nitrate-nitrogen in soil extracts. Qld. J. Agric. Anim. Sci., 33:161-166.
- Beşergil, B.**, 2015, Enstrümental Analiz. Temel İlkeler. Gazi Kitapevi Tic. Ltd. Şti. Beşevler-Ankara. ISBN 978-605-344-249-3.
- Bethge, P.O.**, 1956, Anal. Chem. 28: 119-122 (1956).
- Bettany, J. R., and Halstead, E. H.**, 1972, An automated procedure for the nephelometric determination of sulfate in soil extracts. Canadian J. Soil Sci. 52:127-129.
- Bibiso, M., Taddesse, A. M., Gebrekidan, H., and Melese, A.**, 2015, Evaluation of Universal Extractants for Determination of Some Macronutrients from Soil, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 46:19, 2425-2448, DOI: 10.1080/00103624.2015.1081925.
- Biilmann E, and Jensen A. L.**, 1927, Bull. Soc. Chim. 41:147.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Bingham, F. T.**, 1982, Boron. In Methods of Soil Analysis – Part 2: Chemical and Microbiological Properties. Eds. A L Page, R H Miller and D Keeney. pp 431–446. American Society of Agronomy and Soil Science Society of America Publishers, Madison, Wisconsin, USA.
- Bingham, F.T.**, 1949, Soil test for phosphorus. California Agriculture, 3(8), p.11-14.
- Black, A. S., and Waring, S. A.**, 1978, Nitrate determination in an oxisol using K_2SO_4 extraction and the nitrate-specific ion electrode. Plant and Soil 49, 207-211 (1978).
- Blakemore, L. C., and Searle, P. L., (Philip Lee), 1945- & Daly, B. K.**, 1987, Methods for chemical analysis of soils. New Zealand Soil Bureau, Lower Hutt, N.Z, 1987.
- Blanchar, R. W., Rehm, G., and Caldwell, A. C.**, 1965, Sulfur in plant materials by digestion with nitric and perchloric acid. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 29:71-72.
- Blanchar, R.W.**, 1986, Measurement of sulfur in soils and plants, p.p. 455-490. In: M.A. Tabatabai (ed.) Sulfur in Agriculture. Soil Science Society of America, Madison, WI.
- Blanck, E., Fesefeldt, H., Giesecke, F., Hager, G., Heide, F., Meigen, W., Passerge, S., Phillip, H., Rehorst, K., und Rüger, L.**, 1929, Die Naturwissenschaftlichen Grundlagen der Lehre Von Der Entstehung Des Bodens. Erster Band, Verlag Von Julius Springer, 1929.
- Bloem, E., Haneklaus, S., and Schnug, E.**, 2002, Optimization of a method for soil sulphur extraction, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 33:1-2, 41-51, DOI: 10.1081/CSS-120002376.
- Bock, R.**, 1979, Handbook of Decomposition Methods in Analytical Chemistry. Int. Textbook Comp. Glasgow.
- Boer, G, J, de**, 1996, Simultaneous determination of ammonium and nitrate in soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 27:3-4, 803-808, DOI: 10.1080/00103629609369597.
- Bolleter, W. T., Bushman, C.J., and Tidwell, P.W.**, 1961, Anal. Chem. 33: 593.
- Borggaard, O. K.**, 1979, Selective extraction of amorphous iron oxides by EDTA from a Danish sandy loam. J, Soil Sci. 30, 727-734.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Borggaard, O. K.**, 1981, Selective extraction of amorphous iron oxides by EDTA from soils from Denmark and Tanzania. *J. Soil Sci.* 32, 427-432.
- Borggaard, O. K.**, 1982, Selective extraction of amorphous iron oxides by EDTA from selected silicates and mixtures of amorphous and crystalline iron oxides. *Clay Miner.* 17:365-368.
- Borggaard, O.K.** 1976. Selective extraction of amorphous iron oxide by EDTA from a mixture of amorphous iron oxide, goethite, and hematite. *J. Soil Sci.* 27:478-486.
- Bould, C., Bradfield, E. G., and Clark, G. M.**, 1960, *J. Sci. Fd. Agric.* 11: 229-242 (1960).
- Bouma, D.**, 1983, Diagnosis of Mineral Deficiencies Using Plant Tests. In: Lauchli, A., and Bielecki, R. L., (Ed.): *Inorganic Plant Nutrition*. Springer, Berlin-Heidelberg-New York-Tokyo. pp. 120-146. *Encyclopedia of Plant Physiology, New Series, Vol. A.*
- Bouyoucos G. J.**, 1934, *Soil Science: November 1934- Volume 38- Issue 5-* p 335-346.
- Bouyoucos, G. J.**, 1927, The Hydrometer as a New Method for the Mechanical Analysis of Soils. *Soil Sci.* 1927, 23, 343-352.
- Bowman, R. A.**, 1998, A reevaluation of the chromic acid colorimetric procedure for soil organic carbon, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 29:3-4, 501-508, DOI: 10.1080/00103629809369961.
- Bradfield, E. G.**, 1977, Extraction of calcium fractions from plant material, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 8:7, 563-572, DOI: 10.1080/00103627709366747.
- Bradstreet, R. B.**, 1965, *The Kjeldahl Method for Organic Nitrogen*. Academic Press Inc., New York, NY.
- Brady, W., and Weil, B.**, 2008, *The Nature and Properties of Soils*. 15th edition, 2017/04/18, ISBN: 978-0133254488.
- Bremner, I. M.**, 1965, Total nitrogen. p. 1149-1178. In C.A. Black et al. (Ed.) *Methods of soil analysis. Part 2. Agron. Monogr.* 9.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Bremner, I. M., and Tabatabai, M.A**, 1972, Use of an ammonia electrode for determination of ammonia in Kjeldahl analysis of soils. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 3:159-165.
- Bremner, J. M.**, 1949, Use of the Van Slyke-Neil manometric apparatus for the determination of organic and inorganic carbon in soil and of organic carbon in soil extracts. Analyst (London) 74:492-498.
- Bremner, J. M.**, 1965, Total nitrogen, pp. 1149-1178. IN: C. A. Black (ed.) Methods of Soil Analysis, Part 2. Agronomy No. 9. American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Bremner, J. M.**, 1965, Total nitrogen. In (Ed.) C. A. Black, Methods for soil analysis Part 2. Agronomy 9: 1149-1178. Am. Soc. Agron. Madison, Wis.
- Bremner, J. M.**, 1996, Nitrogen Total. In Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods; Sparks, D.L., Ed.; SSSA/ASA: Madison, WI, 1996; 1085–1121.
- Bremner, J. M., and Jenkinson, D.S.** 1960a, Determination of organic carbon in soil. I. Oxidation by bichromate of organic matter in soil and plant materials. J. Soil Sci.11:394-402.
- Bremner, J. M., and Jenkinson, D.S.**, 1960b, Determination of organic carbon in soil. II. Effect of carbonized materials. J. Soil Sci. 11:403-408.
- Bremner, J. M., and Mulvaney, C. S.**, 1982, Nitrogen-Total, pp. 595-624. IN: A. L. Page et al. (Eds.) Methods of Soil Analysis, Part 2 (2nd edition). American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Bremner, J. M., and. Mulvaney, C. S.**, 1982, Nitrogen-total, pp. 595-624. In A. L. Page (ed.). Methods of Soil Analysis, Part 2, Second Edition, Chemical and Microbiological Properties, Agronomy Monograph No. 9. American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Bresler, E., McNeal, B. L., and Carter, D. L.**, 1982, Saline and Sodic Soils, 72-74. New York: Springer-Verlag.
- Bressy, F. C., Brito, G. B., Barbosa, I. S., Teixeira, L. S., and Korn, M. G. A.**, 2013, Determination of trace element concentrations in tomato samples at different stages of maturation by ICP OES and ICP-MS following microwaveassisted digestion. Microchemical Journal 109:145–49. doi:10.1016 /j.microc.2012.03.010.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Brookes, P.E., Powlson, D.S., and Jenkinson, D.S.,** 1982, Measurement of microbial biomass phosphorus in soil. *Soil Biol. Biochem.* 14:319-329.
- Brown, I. R., and Warncke, D.,** 1988, Recommended cation tests and measures of cation exchange capacity.p. 15-16. In W.C. Dahnke (ed.) Recommended chemical soil test procedures for the North Central Region. North Dakota Agric. Exp. Stn. Bull. 499.
- Brown, J.R. and Warncke, D.,** 1998, Recommended cation tests and measures of cation exchange capacity, pp. 15-16. In: W.C. Dahnke (ed.) Recommended Chemical Soil Test Procedures for the North Central Region. North Central Regional Publication No. 221 (Revised). NDSU Agricultural Experiment Station, Fargo, ND.
- Browning, G. M,** 1938, A Comparison of the Dry Combustion and the Rapid Dichromate Titration Methods For Determining Organic Matter in Soil. *Soil Conservationist*, U. S. Dept, of Agriculture, Washington, D. C., pp. 158-161.
- Browning, G. M.,** 1938, A Comparison of the Dry Combustion and the Rapid Dichromate Titration Methods For Determining Organic Matter in Soil. *Soil Conservationist*, U. S. Dept, of Agriculture, Washington, D. C.
- Brümmer, G., Tiller, K. G., Herms, U., and Glayton, P. M.,** 1983, *Geoderma* 31, 337-354.
- Bundy, L. G., and Bremner, J. M.,** 1972, A simple titrimetric method for determination of inorganic carbon in soils. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 39:273-275.
- Burnham, C. P., and Lopez-Hernandez, D.,** 1982, Phosphate retention in different soil taxonomic classes. *Soil Science* 134, 376-380p.
- Burns, I. G., and Hutsby, W.,** 1984, Development and evaluation of rapid tests for the estimation of phosphate and potassium in plant sap. *Com. Soil Sci. Plant Anal.*15: 1463-1480.
- Burns, I. G., and Hutsby, W.,** 1986, Critical comparison of the vanadomolybdate and the molybdenum blue methods for the analysis of phosphate in plant sap, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 17:8, 839-852p.
- Butcher, D. J., and Sneddon, J.,** 1998, A Practical Guide to Graphite Furnace Atomic Absorbtion Spectrometry. John Wiley and Sons. New York. 250pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Cancela, R. C., Abreu, C.A., and Paz-González, A.,** 2002, DTPA and Mehlich-3 Micronutrient Extractability in Natural Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 33:15-18, 2879-2893, DOI: 10.1081/CSS-120014488.
- Capelle, R.,** 1961, Microdosage colorimétrique du bore en milieu aqueux, au moyen de réactifs à groupement azo ou imine dérivés des acides h et k. *Analytica Chimica Acta* 24:555–572.
- Capka, D., Kisić, I., Zgorelec, Z., Mesić, M., and Jurišić, A.,** 2008, Determination of Soil pH in Dominant Soil Types in the Republic of Croatia. *Agriculturae Conspectus Scientificus Vol. 74 (2009) No. 1 (13-19).*
- Carlson, R. M., and Keeney, D.R.,** 1971, Specific ion analysis: Techniques and uses in soil, plant and water analysis, pp 39-65. IN: L. M. Walsh (ed.) *Instrumental Methods for Analysis of Soil and Plant Tissue*. Soil Science Society of America, Madison, WI.
- Carter, M. R.,** 1980, Association of Total CaCO_3 , and actm CaCO_3 , with growth of five tree species on chernozemic soils. *Can. J. Soil Sci.* 6l: 173-175 (February 1981).
- Carter, M. R., Gregorich, E. G., (ed.),** 2006, *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Second Edition, Canadian Society of Soil Science, Taylor & Francis Group, LLC, Florida, USA, 2006, 198p.
- Cawse, P. A.,** 1967, Determination of nitrate in soil solutions by ultraviolet spectrophotometry. *Analyst* 92:311-315.
- Chacon, N., Dezzio, N., Fölster, H., and Mogollón, P.,** 2002, Comparison between colorimetric and titration methods for organic carbon determination in acidic soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 33:1-2, 203-211, DOI: 10.1081 / CSS-120002387.
- Chaney, A. L., and Marbach, E. P.,** 1962, *Clin. Chem.* 8: 130-132.
- Chapman, H. D.,** 1965, Cation Exchange Capacity. In: Black, C.A., Ed., *Methods of Soil Analysis*, American Society of Agronomy, Madison, 891-901p.
- Chatzistathis, T., Alifragis, D., Therios, I., and Dimassi, K.,** 2014, Comparison of Three Micronutrient Soil-Test Extractants in Three Greek Soil Types, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 45:3, 381-391, DOI: 10.1080/00103624.2013.861912.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Chesuin, L., and Yiem, C. H.,** 1950, Turbidimetric determination of available sulfates. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 15: 149-151.
- Choudri, M. B., and Stevenson, F.J.,** 1957, Chemical and physicochemical properties of soil humic colloids: III. Extraction of organic matter from soils. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 21: 508-513p.
- CITAC / EURACHEM GUIDE,** 2002, Die Eignung von Analysenverfahren. Zweite Ausgabe 2014-Deutsche Übersetzung 2017.
- Cihacek, L. J., Yellajosula, G., Jacobson, K. A., and Swenson, L.,** 2015, Comparison of Seven SO₄-S Extraction Methods for Analysis by Turbidimetry or ICP Spectrometry, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 46:20, 2649-2659, DOI: 10.1080/00103624.2015.1089266.
- Codell, M., and Norwitz, G.,** 1953, Colorimetric Determination of Small Amounts of Boron in Titanium Alloys. *Analytical Chemistry* 1953, 25 (10) 1446-1449.
- Coleman, N. T., and Thomas, G. W.,** 1967, The basic chemistry of soil acidity. In R. W. Pearson and F. Adams (ed.) *Soil acidity and liming*. Agronomy 12:1-41. Am. Soc. Agron., Madison, Wis.
- Combs, S. M., Denning, J. L., and Frank, K. D.,** 1998, Sulfate sulfur. In Recommended chemical soil test procedures for the north central region (North Central Regional Research Publication No. 221, rev.), ed. J. R. Brown, 35–40. Columbia, MO: University of Missouri.
- Conti, M. E., Giuffré de López Camolo, L., de Tiraboschi, D. B. de Sesé, Z., and Arrigó, N. M.,** 1982, Caracterización De Micronutrientes En La Zona Norte Y Oeste De La Región Triguera Argentina. *Revista Facultad de Agron.* 3(2)181-188.
- Cope, W. C.,** 1916, Kjeldahl modification for determination of nitrogen in nitro substitution compounds. *J. Ind. Eng. Chem.* 8:592-593.
- Corl, W. E.,** 1991, Comparison of microwave versus hot-plate dissolution technique. *Spectroscopy* 6:40-43.
- Coulter, B. S.,** 1969, *Soils a. Fert.* 32: 315.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Craft, C. B., Seneca, E. D., Broome, S. W.,** 1991, Loss on Ignition and Kjeldahl Digestion for Estimating Organic Carbon and Total Nitrogen in Estuarine Marsh Soils: Calibration with Dry Combustion. *Estuaries* 1991, 14 (2), 175–179p.
- Crane, K. S., Webb, B. L., Allen, P. S., and Jolley, V. D.,** 2006, Simplified Soil Analysis Procedure for Use in Small-Scale Agriculture, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 37: 993-1011p.
- Cresser, M. S., and Parsons, J. W.,** 1979, Sulphuric-perchloric acid digestion of plant material for the determination of nitrogen, phosphorus, potassium, calcium and magnesium. *Anal. Chim. Acta.* 109: 431-436.
- Cruz, C., and Loução, M. A.,** 2002, Comparison Of Methodologies For Nitrate Determination In Plants And Soils. *Journal of Plant Nutrition*, 25(6), 1185–1211. DOI:10.1081/pln-120004382.
- Csillag, J.,** 1987, Comparison of calculated and measured ion activities and estimation of the reliability of potentiometric determination of ion activities in soil pastes and extracts. IN: *Ionometry in Soil Science*. Russian Acad. Sci. Ed. Puschino (in Russian).
- Çakmak, İ.,** 1988, Morphologische und Physiologische Veränderungen bei Zinkmangelpflanzen. Aus dem Institut für Pflanzenernährung der Universität Hohenheim. (Doktora Tezi).
- Çelebi, G.,** 1967, Orta Anadolu Güney Bölgesi Topraklarının Fosfor Durumu ve Bu Bölge Topraklarında Fosfor Miktarının Tayininde Kullanılacak Metotlar Üzerine Bir Araştırma. A. Ü. Zir. Fak. Radyoloji ve Toprak Verimliliği Kürsüsü, Ankara, (Doktora Tezi).
- Çelik, H.,** 2006, Bursa İli Topraklarının Alınabilir Demir Durumu ve Bu Topraklarda Alınabilir Demir Miktarının Belirlenmesinde Kullanılabilecek Yöntemler. U. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, Toprak Anabilim Dalı. Bursa-2006.
- Çil-Özgül, N.,** 2000, Bursa İli Topraklarının Yarıyışlı Çinko Durumu ve Bu Topraklarda Çinko Miktarının Belirlenmesinde Kullanılacak Yöntemler. Doktora Tezi. U. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Çoban, H., Değirmenci, A. ve Zincircioğlu, N.,** 2016, Akhisar-Gölmarmara Yöresi Bağ Toprakların Verimlilik Düzeylerinin Belirlenmesi, Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi 3(3): 211–217s.
- Çolakoğlu, H.,** 1978, Küçük Menderes Ovası Genç Alüviyal Topraklarının Bitkiye Yararışlı Potasyum Kapsamları ve Potasyum Yönünde Toprak-Bitki İlişkileri. Uluslararası Potas Enstitüsü (IPI) Türkiye Programı araştırma serisi 5, Bilgehan Matbaası, Bornova-İzmir. D. L., Ed.; SSSA/ASA: Madison, WI, 1996; 961–1010.
- Dahlquist, R. L., and Knoll, J. W.,** 1978, Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry: Analysis of biological materials and soils for major, trace, and ultra-trace elements. Appl. Spectrosc. 32: 1-29.
- Davies, B.E.,** 1974, Loss-on-ignition as an estimate of soil organic matter. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 38:150-151.
- Davis, L. E.,** 1943, Measurements of pH with the glass electrode as affected by soil moisture. Soil Sci. 56:405-422.
- Davisson, B. S., and Parsons, J. T.,** 1919, The determination of total nitrogen including nitric nitrogen. J. Ind. Eng. Che. 11:306-311.
- De Villiers, J. M., and Jackson, M. L.,** 1967, Cation exchange capacity variation with pH in soil clays. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 31:473-476.
- DeVries, M. P. C., and Tiller, K. G.,** 1978, Sewage sludge as a soil admendment with special reference to Cd, Cu, Mn, Pb and Zn- comparison of results from experiments conducted inside and outside a glasshouse. Environ. Pollut. 16: 231-240.
- Diaz-Zorita, M.,**1999, Soil organic carbon recovery by the Walkley-Black method in a typic Hapludoll. Communications in Soil Science and Plant Analysis 30 (5-6), 739-745.
- Dible, W.T., Truog, E., and Berger, K. C.,** 1954, Boron determination in soils and plants. Anal. Chern. 26:418-421.
- Dinauer, R. C., Kilmer, V. J. Younts, S. E., and Brady, N. C.,** 1968b, (Ed.): Changing Patterns in Fertilizer Use. Publ. Soil Sci. Soc. Amer., Inc. Madison, Wisconsin, USA.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Dokiya, Y., Yamamoto, Y., Toda, S., and Fuwa, K.,** 1975, Comparison of Mineral Acids in Wet Digestion of Plant Materials for Flame and Flameless Atomic Absorption Measurement of Metals, *Spectroscopy Letters*, 8:10, 759-769, DOI: 10.1080/00387017508067381.
- Dorich, R. A., and Nelson, D. W.,** 1984, Evaluation of manual cadmium reduction methods for determination of nitrate in potassium chloride extracts of soils. *Soil Sci. Soc. Amer. J.* 48:72-75.
- Downes, M. T.,** 1978, An improved hydrazine reduction method for the automated determination of low nitrate levels in freshwater. *Water Res.* 12:673-675.
- Drouineau, G.,** 1942, Dosage rapide du calcaire actif des sols, Nouvelles donnees sur la et la nature des fractions calcaires, *Ann. Agron.* 2:441-450p.
- Dumas, J. B. A.,** 1831, Procèdes de l'analyse organique. *Ann. Chim. Phys.* 2 47:198-213.
- Eckert, D. J., Watson, M. E.,** 1996, Integrating the Mehlich-3 extractant into existing soil test interpretation schemes. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 27: 1237–1249p.
- Edwards, D. E. and Beegle, P. B.,** 1988, No till liming effect on soil-pH, corn grain yield and ear leaf nutrient content. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 19:543-562.
- El Mahi, Y. E., Ibrahim, I. S., Abdel Magid, H. M., and Etilib, A. M. A.,** 1987, A Simple Method for the Estimation of Calcium and Magnesium Carbonates in Soils. Contribution from the Dep. of Biochemistry and Soil Science, Faculty of Agric., Univ. of Khartoum, Shambat, Sudan. Received 13 Jan. 1987. pp. 1152-1155.
- Elfaki, A. T., Gafer, M. A., Sulieman, M. M., and Ali, M. E.,** 2016, Hydrometer method against Pipette method for Estimating Soil particle size distribution in Some Soil Types Selected from Central Sudan, *International Journal of Engineering Research and Advanced Technology (IJERAT)*, Volume. 02 Issue. 02, February-2016.
- Elliot, H. A., and Singer, L. M.,** 1988, Effect of water treatment sludge on growth and elemental composition of tomato (*Lycopersicon esculentum*). *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 19:345-354.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Elrashidi, M. A., Mays, M. D., and Lee, C. W.,** 2003, Assessment of Mehlich3 and Ammonium Bicarbonate-DTPA Extraction for Simultaneous Measurement of Fifteen Elements in Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 34:19-20, 2817-2838, DOI: 10.1081/CSS-120025208.
- Enders, A., and Lehmann, J.,** 2012, Comparison of wet-digestion and dry-ashing methods for total elemental analysis of biochar. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 43 (7):1042–52. doi:10.1080 / 00103624.2012.656167.
- Ensminger, L. E.,** 1954, Some factors affecting the adsorption of sulphate by Alabama soils. *Soll Sci. Soc. Am. Proc.* 18, 259-264 (1954).
- Ergene, A.,** 1987, Toprak Biliminin Esasları. A. Ü. Basımevi, A. Ü. Yayınları No. 635, Ziraat Fakültesi Yayın No. 289, Ders kitapları Serisi No. 47. Erzurum.
- Esmel, C. E., Santos, B. M., Rechcigl, J. E., Toor, G., Simonne, E. H., and Noling, J. W.,** 2010, Searching for an Ideal Soil Extractant for Determining Sulfur in Sandy Soils, *Proc. Fla. State Hort. Soc.*, 123:169–174p.
- Esmel, C. E., Santos, B. M., Rechcigl, J. E., Toor, G., Simonne, E. H., and Noling, J. W.,** 2010, Searching for an Ideal Soil Extractant for Determining Sulfur in Sandy Soils. *Proc. Fla. State Hort. Soc.* 123:169–174. 2010.
- European Economic Community.,** 1971, Determination of Carbonates using Schieber-Dietrich Apparatus. Official J. European Commun. L 155/71/250/eec:486-487.
- Evans, S., and Krahenbuhl, U.,** 1994b, Improved boron determination in biological material by inductively coupled plasma mass spectrometry. *J. Anal. Atom Spectrom.* 9, 1249–1253.
- Eysinga, J. P. N. L. R., Dijk, P.A., and Bes, S.S.,** 1978, The extractable zinc content of soils in the Netherlands determined by various methods, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 9:2, 153-167, DOI: 10.1080/00103627809366796.
- Falkengren-Grerup, U.; Tyler, G.,** 1993, The Importance of Soil Acidity Moisture, Exchangeable Cation Pools and Organic Matter Solubility to the Cationic Composition of Beech Forest (*Fagus sylvatica*) Soil Solution. *Z. Pflanzenernaehr. Bodenkd.* 1993, 156, 365–370.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Fang, J., Wen, B., Shan, X. Q., Wang, H. H., Lin, J. M., and Zhang, S. Z.,** 2007, Evaluation of bioavailability of light rare earth elements to wheat (*Triticum aestivum*) under field conditions, *Geoderma*; 141: 53–59p.
- FAO,** 1982, Micron Nutrients and the Nutrient Status of Soils: A Global Study, *FAO Soil Bulletin* 48, Rome, 442p.
- Fassel, V. A., and Kniseley, R. N.,**1974, Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy. *Analytical Chemistry*. Vol. 46, No.13,pp.1110-1120.
- Feigenbaum, S., Edelstein, R., and Shainberg, I.,** 1981, Release rate of potassium and structural cations from micas to ion exchangers in dilute solutions. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 45: 501-506p.
- Finch, C. R., Pennington, H. D., Lyons, K. G., and Littau, S. E.,** 1990, Microwave Digestion Of Plant Samples For Sulfur Analysis. *Commun. in Soil Sci. Plant anal.*, 21(748), 583-594 (1990).
- Finck, A.,** 1968, Grenzwerte der Nahrelementgehalte in Pflanzen und ihre Auswirkung zur Ermittlung des Düngerbedarfs. *Pflanzenern. u. Bodenkde.* 119:197-208.
- Finck, A.,** 1979, Dünger und Düngung. 1. und 2. Auflage. Verlag Chemie, Weinheim-New York.
- Fisher, T. R.,** 1963, Measurements of adsorbed cations in soils employing radioactive isotope Equilibration methods. Ph.D. diss. Univ. of Missouri, Columbia (Diss. Abstr. 23:2284).
- Fiskell, John G. A.,** 1970, Cation exchange capacity and component variations of soils of Southeastern USA. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 34:723-727.
- Fotyma, M., Jadczyzyn, T., and Jozefaciuk, G.,** 1998, Hundredth molar calcium chloride extraction procedure. Part II: Calibration with conventional soil testing methods for pH, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 29:11-14, 1625-1632p.
- Fowler, D. B., and Hamm, J. W.,** 1980, Crop response to saline soil conditions in the Parkland area of Saskatchewan. *Canadian Journal of Soil Science*, 61: 67-78p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Fox, R. L., Olson, R. A., and Rhoades, H. F.,** 1964, Evaluating the Sulfur Status of Soils by Plant and Soil Tests¹, Soil Sci. Soc. Am. J. 28: 243-246, DOI: 10.2136/sssaj1964.03615995002800020034x.
- Fuller, W. H., and Warrick, A. W.,** 1985, Soils in waste treatment and utilization. Volume I. Land treatment. CRC Press Inc., Boca Raton, FL.
- Gaines, T. P., and Mitchell, G. A.,** 1979, Boron determination in plant tissue by the azomethine H method. Communications in Soil Science and Plant Analysis, 10(8), 1099–1108. DOI:10.1080/00103627909366965.
- Gallardo, J. F., Saavedra, J., Martin-Patino, T., and Millan, A.,** 1987, Soil organic matter determination, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 18:6, 699-707, DOI: 10.1080/00103628709367852.
- Garcia, A., de Iorio, A. F., Barros, M., Bargiela, M., and Rendina, A.,** 1997, Comparison of Soil Tests to Determine Micronutrients Status in Argentina Soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 28:19-20, 1777-1792, DOI: 10.1080/00103629709369915.
- Garcia, I. L., Cordova, M. H., and Sánchez-Pedrono, C.,** 1985, Sensitive method for the spectrophotometric determination of boron in plants and waters using crystal violet. Analyst 110:1259–1262.
- Gartley, K. L., Sims, J. T., Olsen, C. T., and Chu, P.,** 2002, Comparison of Soil Test Extractants Used in Mid-Atlantic United States, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 33(5&6), 873-895p.
- Gartley, K. L., Sims, J. T., Olsen, C. T., and Chu, P.,** 2002, Comparison of Soil Test Extractants Used in Mid-Atlantic United States. Commun. Soil Sci. Plant Anal., 33(5&6), 873–895.
- Gee, G. W., and Bauder, J. W.,** 1979, Particle size analysis by hydrometer: A simplified method for routine textural analysis and a sensitivity test of measurement parameters. Soil Sci. Soc. Am. J. 43:1004-1007.
- Geiger, S. C., and Loeppert, R. H.,** 1988, The effect of soil gas phase CO₂ concentration on Fe deficiency chlorosis of sorghum and soybean grown in calcareous soils. 1. Plant Nutr. 11:1493-1502.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Gestring, W. D., and Soltanpour, P. N.,** 1981a, Boron analysis in soil extracts and plant tissue by plasma emission spectroscopy, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 12:8, 733-742, DOI: 10.1080/00103628109367189.
- Gestring, W. D., and Soltanpour, P. N.,** 1981b, Evaluation of wet and dry digestion methods for boron determination in plant samples by icp-aes, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 12:8, 743-753, DOI: 10.1080/00103628109367190.
- Gillman, G. P.,** 1979, A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. *Aust J. Soil Res.* 17:129-139.
- Gillman, G. P., Bruce, R. C., Davey, B. G., Kimble, J. M., Searle, P. L., and Skjemstad, J. O.,** 1983, A comparison of methods used for determination of cation exchange capacity. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 14:1005-1014.
- Gilman, L. B.,** 1987, General guidelines for microwave sample preparation. CEM Corporation, Matthews, NC.
- Giovannini, G., Poggio, G., and Sequi, P.,** 1975, Use of an automatic CHN analyzer to determine organic and inorganic carbon in soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 6:1, 39-49, DOI: 10.1080/00103627509366544.
- Goldin, A.,** 1987, Reassessing the use of loss-on-ignition for estimating organic matter content in noncalcerous soils. *Commun. Soil Sci. Plant. Anal.* 18 (9): 1111-1116.
- Gorsuch, T. T.,** 1959, *Analyst* 84, 135-173 (1959).
- Gorsuch, T. T.,** 1970, *The Destruction of Organic Matter*. Pergamon Press, Oxford.
- Gowrisankar, D., and Shukla, L. M.,** 1999, Evaluation of Extractants for Predicting Availability of Sulphur to Mustard in Inceptisols. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 1999, 30, 2643–2654p.
- Görlitz, H., Völker, U., und Vielemeyer, H. P.,** 1986, et al.: Entwicklung und Anwendung von Schnellmethoden zur Bestimmung des N_{an} im Boden und zur Pflanzenanalyse als Grundlage für die Operative N-Düngung. *Feldwirtschaft* 27: 177-180.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Graham, R. D., Llano, C., and Ulrich, A.,** 1970, Comm. Soil Sci. Plant Anal. 1, 379-382 (1970).
- Griffin, G., Jokela, W., Ross, D., Pettinelli, D., Morris, T., and Wolf, A.,** 2009, Chapter 4 Recommended Soil Nitrate Tests. Recommended Soil Testing Procedures for the Northeastern United States. Cooperative Bulletin No. 493.
- Grinstead, R. R., and Snider, S.,** 1967, Modification of the curcumin method for low-level boron determination. Analyst 92:532–533.
- Grzebisz, W., and Oertli, J. J.,** 1993, Evaluation of universal extractants for determining plant available potassium in intensively cultivated soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 24:11-12, 1295-1308, DOI: 10.1080/00103629309368877.
- Gupta R. K.; Elshout, D., Van; S., Abrol, I. P.,** 1987, Effect of pH on Zinc Adsorption-precipitation reactions in an alkali soil.
- Gupta, A. P., Neue, H. U., and Singh, V. P.,** 1993, Phosphorus determination in rice plants containing variable manganese content by the phospho-molybdo-vanadate (yellow) and phosphomolybdate (blue) colorimetric methods, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 24:11-12, 1309-1318, DOI: 10.1080/00103629309368878.
- Gupta, A., and Sinha, S.,** 2006, Chemical fractionation and heavy metal accumulation in the plant of *Sesamum indicum* (L.) var. T55 grown on soil amended with tannery sludge: Selection of single extractants, Chemosphere 64: 161–173p.
- Gupta, V. K., and Mittal, S. B.,** 1981, Evaluation of chemical methods for estimating available zinc and response of green gram (*Phaseolus aureus* roxb) to applied zinc in non-calcareous soils. Plant and Soil volume 63, Pages 477–484(1981).
- Gupta, V.C.,** 1979, Some factors affecting the determination of hot-water-soluble boron from podzol soils using azomethine-H. Can. 1. Soil Sci. 59:241-247.
- Güner, Ü.,** 1968, İzmir Bölgesi Tarla Topraklarının Fosfor ve Potas ihtiyaçlarını Belirlemeye Yarayan Bazı Kimyasal Laboratuvar Metotlarının Neubauer Metodu ile Mukayesesine Dair Araştırmalar. E. Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri Rapor No: 2006-ZRF-001. Bornova-İzmir.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Günther, D., Aeschlimann, B., Fontaine, G. H.,** 2009, Skript Analitische Chemie I. Instrumentelle Element und Isotopenanalytik.
- Haagsma, T., and Miller, M. H.,** 1963, The Release of Nonexchangeable Soil Potassium to Cation-Exchange Resins as Influenced by Temperature, Moisture and Exchanging Ion. Soil Sci. Soc. Am. J. 27: 153-156. DOI:10.2136/sssaj1963.03615995002700020020x.
- Hagin, L.,** 1952, The active lime content of soil as a factor in the development of chlorosis, Bull. Res. Council. Israel 2: 138-146p.
- Hakerlerler, H.,** 1979, İç Ege Bölgesi Tarım Topraklarının Fosfor Durumunun Belirlenmesi ve Bu Bölge Toprakları İçin En Uygun Faydalı Fosfor Tayin Yönteminin Büyük Toprak Grupları İle Toprak Özelliklerine Göre Saptanması. E.Ü. Ziraat Fak., Bitki Besleme Kür., Doçentlik Tezi.
- Hakerlerler, H., Atalay, İ. Z., İrget, M. E. Ve Tepecik, M.,** 2009, Bitki ve Toprak örneklerinde Nitrat tayini Yöntemlerinin Karşılaştırılması. E. Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri rapor No: 2006-ZRF-001, Bornova-İzmir.
- Hakerlerler, H., Okur, B., Saatçi, E., İrget, E., and Yağmur, B.,** 1997, Gediz havzasında bağ tarımı yapılan alüvyial büyük toprak grubunda alınabilir çinko yönteminin belirlenmesi. 1. Çinko Kongresi, 287-294, Eskişehir.
- Hamze, M., Nimah, M., and Zaabout, M.,** 1984, Effectiveness of six digestion procedures to evaluate the status of major elements (Ca, K, Mg, and Na) in citrus leaves, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 15:9, 1135-1145, DOI: 10.1080/00103628409367546.
- Hanlon, E. A., and Johnson, G. V.,** 1984, Bray/Kurtz, Mehlich III, AB/D and ammonium acetate extractions of P, K and MG in four oklahoma soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 15:3, 277-294, DOI: 10.1080/00103628409367475.
- Hansen, B.,** 1989, Determination of Nitrogen as Elementary N, an Alternative to Kjeldahl. Acta Agric. Scand. 1989, 39, 113-118.
- Harrison, M., and Andre, C.,** 1969, Appl. Spec. 231, 354-357 (1969).
- Hartwig R. C., and Loeppert R. H.,** 1993, Evaluation of soil iron. In Characteristics of Iron Stress Response. Eds. L C Barton and B C Hemming. pp 465-482. Academic Press, New York, USA.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hatcher, I. T., and Wilcox, L.Y.**, 1950, Colorimetric determination of boron using carmine. Anal. Chern. 22:567-569.
- Havlin, J. L., and Soltanpour, P. N.**, 1980, A nitric acid plant tissue digest method for use with inductively coupled plasma spectrometry, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 11:10, 969-980, DOI: 10.1080/00103628009367096.
- Haynes, R. J.**, 1980, A comparison of two modified Kjeldahl digestion techniques for multi-element plant analysis with conventional wet and dry ashing methods, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 11:5, 459-467.
- Heather L., Yangbo He, M., Owen, R. K., Hopkins, D., Deutsch, B., Lee, J., Clay, D. E., Reese, C., Malo, D. D., and DeSutter, T. M.**, 2017, Predicting Soil Electrical Conductivity of the Saturation Extract from a 1:1 Soil to Water Ratio, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 48:18, 2148-2154, DOI: 10.1080/00103624.2017.1407780.
- Heilenz, S., Hofner W., and Neumann K. H.**, 1970, Biochemisches Praktikum. Bibliographisches Institut, Mannheim.
- Heilenz, S., Höfner, W., und Neumann, K. H.**, 1970, Biochemisches Praktikum. Bibliographisches Institut-Mannheim/Wien/Zürich.
- Helling, Ch. S., Chesters, G., and Corey, R. B.**, 1964, Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 28:517.
- Hellman, N. N., and McKelvey, V. E.** 1941, A hydrometer-pipette method for mechanical analysis. Journal of Sedimentary Research; 11 (1): 3–9. DOI: <https://doi.org/10.1306/D42690C6-2B26-11D7-8648000102C1865D>.
- Helmke, P. A., and Sparks, D. A.**, 1996, Lithium, Sodium, Potassium, Rubidium, and Cesium, Chapter: 19 In: Methods of Soil Analysis: Part 3 Chemical Methods, 5.3. ISBN:9780891188667.
- Hendershot, W. H., and Duquette, M.** 1986, A simple barium chloride method for determining cation exchange capacity and exchangeable cations. Soil Sci. Soc. Am. J. 50:605-608.
- Hendershot, W., and Duquette, M.**, 1986, A Simple Barium Chloride Method for Determining Cation Exchange Capacity and Exchangeable Cations. Soil Sci. Soc. Am. J. 50:605-608.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Herms, V., and Brümmer, G.,** 1984, Einflussgrößen der Schwermetalllöslichkeit und Bindung in Böden, Z. Pflanzenernährung Bodenkunde, 147, 400-424 (1984).
- Hesse, P. R.,** 1971, A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publ. Co. Inc., New York, 520.
- Hinds, A. A., and Lowe, L. E.,** 1980, Application of the Berthelot reaction to the determination of ammonium-N in soil extracts and soil digests, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 11:5, 469-475.
- Hodgson, J. F., Lindsay, W. L., and Trierweiler, J. F.,** 1966, Micronutrient cation complexing in soil solution. II. Complexing of zinc and copper in displacing from calcareous soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 30: 723-726.
- Hoelt, R. G., Walsh, L. M., and Keeney, D. R.,** 1973, Evaluation of various extractants for available soil sulfur. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 37:401-404.
- Hoffmann, G.,** 1991, Methodenbuch Band I. Die Untersuchung von Böden. 4. Auflage. Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs und Forschungsanstalten. VDLUFA-Verlag, Darmstadt.
- Hogg, T. J., and Henry, J. L.,** 1984, Comparison of 1:1 and 1:2 suspensions and extracts with the saturation extract in estimating salinity in Saskatchewan soils. Canadian Journal of Soil Science, 64: 699-704p.
- Horn, D.P., Alley, M. M. and Bertsh, P. M.,**1982, Cation exchange capacity measurements. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 13:851-862.
- Horneck, D. A., Hart, J. M., Topper, K., and Koepsell, B.,** 1989, Methods of Soil Analysis Used in the Soil Testing Laboratory at Oregon State University, Agricultural Experiment Station Oregon State University, SM 89:4, Oregon, USA, 1989, 21p.
- Houba, V. J. G., Lee, J. J. van der, Novozamsky, I. , and Walinga, I.** 1988. Soil and plant analysis. Part 5: Soil analysis procedures. Wageningen Agricultural University, The Netherlands.
- Houba, V. J. G., Novozamsky, I., and van der Lee, J. J.,** 1994, Status and future of soil and plant analysis, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 25:7-8, 753-765, DOI: 10.1080/00103629409369078.
- [Http://cropsscience.ch/?p=17](http://cropsscience.ch/?p=17),** Erişim tarihi: 02.02.2018.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hu, Y., and Barker, A. V.,** 1999, A single plant tissue digestion for macronutrient analysis, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 30:5-6, 677-687, DOI: 10.1080/00103629909370237.
- Huang, C. L., and Schulte, E. E.,** 1985, Digestion of plant tissue for analysis by ICP emission spectroscopy, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 16:9, 943-958, DOI: 10.1080/00103628509367657.
- Hue, N.V.; and Evans, C. E.,** 1986 *Procedures Used for Soil and Plant Analysis by the Auburn University Soil Testing Laboratory; Agronomy and Soils Department Series 106; Alabama Agricultural Experiment Station: Auburn, AL, 1986.*
- Hug, H.,** 2015, *Instrumentelle Analytik. Theorie und Praxis. 3. Überarbeitete und Erweiterte Auflage. Verlag Europa-Lehrmittel. Europa Nr. 72116. ISBN 978-3-8085-7216-0.*
- Hunt, J.,** 1982, Dilute hydrochloric acid extraction of plant material for routine cation analysis. *Com. Soil. Sci. Plant Anal.* 13:49-55.
- Huntington, T. G.; Johnson, C. E.; Johson, A. H.; Siccama, T. G.; Ryan, D. F.,** 1989, Carbon, Organic Matter, and Bulk Density in a Forested Spodosol. *Soil Sci.* 1989, 148 (5), 380–386.
- Irwin, K. W., and Lavkulich, L. M.,** 1997, Determination of low concentrations of sulfate by nephelometry, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 28:6-8, 561-570, DOI: 10.1080/00103629709369811.
- Isaac, R. A., and Jones, J. B. Jr.,** 1972, Effects of various dry ashing temperatures on the determination of 13 nutrient elements in five plant tissues, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 3:3, 261-269, DOI: 10.1080/00103627209366375.
- Iyengar, S.S., Martens, D. E., and Miller, W. P.,** 1981, Distribution and plant availability of soil zinc fractions. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 45:735-739.
- İrget, M. E., Tutam, M., Tepecik, M.,** 2009, *Toprak ve Bitki Analiz Yöntemlerinin Karşılaştırılması. Proje No: 2004-ZRF-025. E. Ü. Bilimsel Araştırma Proje Raporu. Ziraat Fakültesi Toprak Bölümü, Bornova, İzmir.*
- Jackson, M. L.,** 1958, *Soil Chemical Analysis*, Prantice-Hall, INC., New York, USA, 1958, 498p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Jackson, M. L.**, 1965, Soil Chemical Analysis; Prentice-Hall: Englewood Cliffs, N.J.
- Jackson, M. L.**, 1973, Soil Chemical Analysis, Prentice-Hall of India Pvt. Ltd., New Delhi, India.
- Jackson, M. L.**, 1976, Análisis Químico de Suelos. Ediciones Omega (editor), Barcelona, Spain (España).
- Jimenez, R. R., and Ladha, J. K.**, 1993, Automated elemental analysis: A rapid and reliable but expensive measurement of total carbon and nitrogen in plant and soil samples, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 24:15-16, 1897-1924p.
- Jodlbauer, M.**, 1886, Die Bestimmung des Stickstoffes in Nitraten nach der Kjeldahl' schen Methode. Chem. Centr. Bl. 17 (1886), 433-434.
- John, M. K., Chuah, H. H., and Neufeld, J. H.**, 1975, Application of Improved Azomethine-H Method to the Determination of Boron in Soils and Plants. Analytical Letters. 8(8),559-568.
- Johnson, C. M. And Ulrich, A.**, 1959, Analytical methods for use in plant analysis. California, Division of Agricultural Sciences Bulletin, 766.
- Johnson, C. M., and Nishita, H.**, 1952, Micro estimation of sulphur in plant materials, soils and irrigation waters. Anal. Chem. 24: 736-742.
- Jolivet, C., Arrouays, C., and Bernoux, M.**, 1998, Comparison between analytical methods for organic carbon and organic matter determination in sandy Spodosols of France, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 29:15-16, 2227-2233, DOI: 10.1080/00103629809370106.
- Jones B. J. Jr.**, 1990, Universal Soil Extractants: Their Composition and Use, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 21:13-16, 1091-1101.
- Jones B. J. Jr.**, 1998, Soil Test Methods: Past, Present, and Future Use of Soil Extractants, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 29:11-14, 1543-1552.
- Jones, B. J. Jr., and Isaac, R. A.**, 1972, Determination of Sulfur in Plant Material Using a Leco Sulfur Analyzer. Agric. Food Chem. 20: 1292-1294.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Jones, J. B. Jr.,** 1984, Developments In The Measurement of Trace Metal Constituents in Foods. In: Analysis of Food Contaminants (Ed: J. Gilbert) Elsevier Applied Sci. Publ. London. Pp:157-206.
- Jones, J. B. Jr., Wolf, B., and Mills, H. A.,** 1991, Plant Analysis Handbook. A Practical Sampling, Preparation, Analysis and Interpretation Guide. Micro-Macro Publishing. Inc. 213p.
- Jones, J. B., and Warner, M. H.,** 1969, In Dev. Applied Spec, Vol. 7A, 152-160, Plenum Press, New York (1969).
- Jones, J. B., Jr.,** 1985, Soil testing and plant analysis: Guides to the fertilization of horticultural crops. Hort. Rev. 7:1-68.
- Jones, J. B., Jr.,** 1991, Kjeldahl Method for Nitrogen (N) Determination. Micro-Macro Publishing, Athens, GA.
- Jones, J.B., Jr.,** 2001, Laboratory Guide For Conducting Soil Tests and Plant Analysis, CRC Press LLC, 2001, Florida, USA, 363p.
- Jones, L. H. P., Cowling, D. W., and Lockyer, D. R.,** 1972, Plant-available and extractable sulfur in some soils of England and Wales. Soil Sci. 114:104-114.
- Jones, U. S., and Piha, M.,** 1989, Evaluation of four soil test extractants for Zimbabwe soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 20:17-18, 1857-1871, DOI: 10.1080/00103628909368188.
- Jönsson, U., Rosengren, U., Nihlgård, B., and Thelin, G.,** 2002, A Cooperative Study Of Two Methods For Determination Of pH, Exchangeable Base Cations, And Aluminum, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 33:19-20, 3809-3824, DOI: 10.1081/CSS-120015924.
- Junus, M. A., and Cox, F. R.,** 1987, A Zinc Soil Test Calibration Based Upon Mehlich 3 Extractable Zinc, pH, And Cation Exchange Capacity. Soil Sci. Soc. Am. J. 51:678-683.
- Jurinak, J. J., and Suarez, D. L.,** 1996, The chemistry of salt-affected soils and waters. In Agricultural Salinity Assessment and Management; Tanji, K.K. (ed.), American Society of Civil Engineering: New York, 42-63.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kacar, B.**, 1964, Çukurova Topraklarının Fosfor Durumu ve Bu Bölge Topraklarının Fosfor Muhtevalarının Tayininde Kullanılacak Muhtelif Metotlar Üzerine Bir Araştırma. A. Ü. Zir. Fak. Bitki Besleme Kürsüsü, Ankara (Doç. Tezi).
- Kacar, B.**, 1984, Bitki Besleme. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları: 899, Ders Kitabı: 250. 2. Baskı.
- Kacar, B.**, 1995, Bitki ve Toprağın Kimyasal Analizleri. III., Toprak Analizleri, Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Eğitim Araştırma ve Geliştirme Vakfı Yayınları, No: 3, Ankara, 705s.
- Kacar, B.**, 2009, Toprak Analizleri, Genişletilmiş 2. Baskı, Nobel Yayın Dağıtım, 2009, Ankara-Türkiye, 466s.
- Kacar, B., and Fox, R.L.**, 1967, Boron status of some Turkish soils. University of Ankara Yearbook of the Faculty of Agriculture 1966: 99-111p.
- Kacar, B., İnal, A.**, 2008, Bitki Analizleri. Nobel Yayın No: 1241. ISBN 978-605-395-036-3. NOBEL Kitap Dağıtım A. Ş., 2009.
- Kacar, K. ve Katkat, A. V.**, 1998, Bitki Besleme. U. Ü. Güçlendirme Vakfı Yayın No: 127, Vipaş Yayınları: 3, ISBN: 975-564-068-1.
- Kaçar, B.**, 1962, Plant and Soil Analysis. Univ. of Nebraska, Lincoln, Nebraska, p. 235.
- Kadeba, O., and Boyle, J. R.**, 1978, Evaluation of Phosphorus in Forest Soils: Comparison of Phosphorus Uptake, Extraction Method And Soil Properties. Plant and Soil 49, 285-297 (1978).
- Kahveci, Ö. ve Atalay, İ. Z.**, 2010, Alaşehir ve Salihli Bağ Topraklarının Alınabilir Potasyum Analizlerinde Değiştirilmiş 1N NH₄OAc Yöntemine Alternatif Yöntemlerin Belirlenmesi, Ege Üniv. Ziraat Fak. Derg., 2010, 47 (3): 275-286s.
- Kalbasi, M.**, 1978, et al. Soil Sci. 125 (1978) 146.
- Kalisz, P. J., and Stone, E. L.**, 1980, Cation exchange capacity of acid forest humus layers. Soil Sci. Soc. Am. J. 44:407-413.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kamara, A., Rhodes, E. R., Sawyerr, P. A.,** 2007, Dry Combustion Carbon, Walkley-Black Carbon, and Loss on Ignition for Aggregate Size Fractions on a Toposequence, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 38:15-16, 2005-2012, DOI: 10.1080/00103620701548639.
- Keeney, D. R., and Nelson, D. W.,** 1982, Nitrogen-Inorganic Forms. In A. L. Page (Ed.), Methods of Soil Analysis, Agronomy Monograph 9, Part 2 (2nd ed., pp. 643-698. Madison, WI: ASA, SSSA.
- Kempers, A. J.,** 1974, Determination of sub-microquantities of ammonium and nitrates in soils with phenol, sodiumnitroprusside and hypochlorite. Geoderma 12:201-206.
- Kempers, A. J., and Zweers, A.,** 1986, Ammonium determination in soil extracts by the salicylate method, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 17:7, 715-723.
- Keren, R.,** 1996, Boron. In Methods of soil analysis, Part 3: Chemical methods, ed. D. L. Sparks, 603–626. Madison, Wisc.: SSSA and ASA.
- Ketterings, Q. M., Bellows, B. C., Czymmek, K. J., Reid, W. S., and Wildman, R. F.,** 2001, Do Modified Morgan and Mehlich-III P Have a Morgan P Equivalent?
- Kettler, T. A., Doran, J. W., and Gilbert, T. L.,** 2001, Simplified Method for Soil Particle-Size Determination to Accompany Soil-Quality Analyses. United State Department of Agric.-ARS / UNL Faculty. Paper No. 305. Lincoln, Nebraska, USA.
- Khorsandi, F., and Alaei Yazdi, F.,** 2007, Gypsum and Texture Effects on the Estimation of Saturated Paste Electrical Conductivity by Two Extraction Methods, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 38:7-8, 1105-1117, DOI: 10.1080/00103620701278120.
- Kılınç, R.,** 1978, İzmir Bölgesi Tarım Topraklarının Fosfor Durumunun Radyoizotop Yöntemleri ile Saptanması ve Bunun Toprak Özellikleri ile ilişkileri Üzerine Araştırmalar. E. Ü. Ziraat Fakültesi Bitki besleme Kürsüsü, Bornova-İzmir (Doktora Tezi).
- Kilmer, V. J., and Nearing, D. C.,** 1960, The determination of available sulphur in soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 24: 337-340.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kingston, H. M., and Jassie, L. B.,** 1986, Microwave energy for acid decomposition at elevated temperatures and pressures using biological and botanical samples. *Analytical Chemistry*. 58:2534-2541.
- Kingston, H. M., and Jassie, L. B.,** 1988, Microwave Sample Preparation. Theory and Practice. IN: H.M. Kingston and L.B. Jassie (eds.) ACS Professional Reference. American Chemical Society, Washington, DC.
- Kjeldahl, J.,** 1883, Neue Methode zur Bestimmung des Stickstoffs in organische Körpern. *Z. Anal. Chem.* 22 (1883), 366 e.v.
- Kleinman, P. J. A., Sharpley, A. N., Gartley, K. W., Jarrell, M., Kuo, S., Menon, R. G., Myers, R., Reddy, K. R., and Skogley, E. O.,** 2001, Interlaboratory Comparison of Soil Phosphorus Extracted by Various Soil Test Methods. *Commun. Soil Sci. Plant anal.*, 32(15&16), 2325–2345 (2001).
- Knudsen, D., and Beegle, D.,** 1988, ‘Recommended Phosphorus Tests’, in W. C. Dahnke (ed.), Recommended Chemical Soil Test Procedures for the North Central Region, North Central Regional Publ. No. 221, North Dakota State Univ., Fargo, North Dakota, U.S.A. 58105. pp. 12–15.
- Kononova, M. M.,** 1958, Die Hunusstoffe des Bodens. In: Schaller, K., 1988, Chemische Methoden der Bodenuntersuchung. *Praktikum zur Bodenkunde und Pflanzenernahrung*, Seite: 233-234. Geisenheim, ISBN: 3-980-1873-1-7.
- Kou, S.,** 1996, Phosphorus. In *Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods*, Sparks, D. L. (ed.); Soil Science Society of America: Madison, Wisconsin, 869–919.
- Kovancı, İ.,** 1969, İzmir Bölgesi Tarla Topraklarında Nitrifikasyonun Durumu ve Bunun Toprak Özellikleriyle İlişkileri Üzerinde Araştırmalar. E.Ü. Bitki Besleme Kürsüsü (Doçentlik Tezi).
- Kowalenko, C. G., and Babuin, D.,** 2007, Interference Problems with Phosphoantimonymolybdenum Colorimetric Measurement of Phosphorus in Soil and Plant Materials, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 38:9-10, 1299-1316.
- König, J.,** 1923, Untersuchung landwirtschaftlich und lanwirtschaftlich-gewerblich wichtiger stoffe. Parey, Berlin, Bd. 1. 177-178.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- König, N., Blum, U., Bussian, B., Ellinghaus, R., Furtmann, K., Gärtner, A., Gutwasser, F., Hauenstein, M., Kiesling, G., Klinger, T. Möller, A., Nack, T., Reichelt, L., Schimming, C., Stahn, M., Trefz-Malcher, G., Utermann, J. und Wies, K.,** 2009, Handbuch Forstliche Analytik, Eine Loseblatt-Sammlung der Analysemethoden im Forstbereich Herausgegeben vom Gutachterausschuss Forstliche Analytik, (4. Ergänzung 2009), 568s.
- Kranz, B. A., Nelson, W. L., and Burkhart, M.,** 1948, Plant Tissue as a Tool in Agronomic Reseach. In: Diagnostic Techniques for Soils and Crops (Ed: Kitchen, H. B.). Site Spesific Manag. For Agric. Sys. 3rd Int. Conf. American Soc. Agronomy. Pp: 945-948.
- Kraske, C. R., Fernandez, I. J., and Spencer, C. J.,** 1989, A comparison of methods for measuring extractable Ca, Mg, K, Na, Mn, Al, Fe, and P from New England forest soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 20:3-4, 439-464, DOI: 10.1080/00103628909368092.
- Krauskopf, K. B.,** 1972, Geochemistry of micronutrients. p. 7-40. In J.J. Mortvedt et al. (Ed.) Micronutrients in agriculture. SSSA, Madison, WI.
- Krauskopf, K. B.,** 1972, Geochemistry of micronutrients. p. 7-40. In 1.1. Mortvedt et al. (Ed.) Micronutrients in agriculture. SSSA, Madison, WI.
- Kucharkowski, R., Muller, E., and Wustkamp, D.,** 1996, Determination of boron in amorphous and nanostructured soft magnetic alloys ribbons and layered materials by ICP atomic emission spectrometry. Fres. J. Anal. Chem. 355, 256–260.
- Kuderna, M., Pötsch, E., und Blum, W. E. H.,** 1992, Zur Wahl des Extraktionsmittels bei der Nmin-Bestimmung. Aus dem Institut für Bodenforschung und Baugeologie der Universität für Bodenkultur. Wien. Vorstand: o. Univ.-Prof. Dr. W. E. H. Blum.
- Kuo, S.,** 1986, Concurrent Sorption of Phosphate and Zinc, Cadmium, or Calcium by a Hydrous Ferric Oxide. Soil Sci. Soc. Of Amer. Journal, Volume: 50, Issue: 6, pp. 1412-1419.
- Kuşutan, F., Ateş, F. ve Akın, A.,** 2017, Alaşehir İlçesinde (Manisa) Superior Seedless Üzüm Çeşidi Yetiştirilen Toprakların Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri, Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi, (2017) 21(1): 16-23s.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kuwada, K., Motomizu, S., and Toei, K.,** 1978, Solvent extractionspectrophotometric determination of boron with 2,4-dinitro-1,8-naphthalenediol and brilliant green. *Anal. Chem.* 50, 1788–1792.
- La Bastide, J. G. A., and Van Goor, C. P.,** 1978, Interlaboratory variability in the chemical analysis of leaf samples. *Plant and Soil.* 49:1-7.
- Labhsetwar, V. K., and Soltanpour, P. N.,** 1985, A Comparison of NH_4HCO_3 -DTPA, NaHCO_3 , CaCl_2 , and Na_2 -EDTA Soil Tests for Phosphorus. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 49:1437-1440.
- Lachica, M.,** 1964, Determination of sulphur in plant material. *Analyst* 89: 61-66.
- Lachica, M.,** 1964, Determination of sulphur in plant material. *Analyst* 89: 61-66.
- Lang, H. J., and Reed, D. W.,** 1987, Comparison of HCl extraction versos total iron analysis for iron tissue analysis, *Journal of Plant Nutrition*, 10:7, 795-804, DOI: 10.1080/01904168709363610.
- Lauer, D. A.,** 1971, Evaluation of plant available Zn by the DTPA soil test, 0.1 M HCl extraction, and labile Zn measurements. Ph.D. diss. Colorado State Univ., Fort Collins, (Diss. Abstr. 31-6157B).
- Lauro, M. F.,** 1931, Use of selenium as catalyst in determination of nitrogen by Kjeldahl method. *Ind. and Eng. Chem. Anal. Ed.* 3 (1931), 401-402.
- Lavery, D. H. and Bollo-Kamara, A.,** 1988, Recommended methods of soil analyses for Canadian Prairie agricultural soils. Alberta Agriculture, Edmonton, Alberta. Rep. 300.
- Lawal, B. A., Singh, B. R., Babaji, G. A., and Tsado, P. A.,** 2013, Relative Suitability Evaluation of Two Methods of Particle-Size Analysis for Selected Soils of Sudan Savanna of Nigeria, *World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal of Biotechnology and Bioengineering* Vol:7, No:1, 2013, 94-97p.
- Leppin, T.,** 2007, Mobilisierungspotential unterschiedlicher Pflanzen für stabile Phosphatformen im Boden, Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der Agrarwissenschaften im Fachbereich 09 -Agrarwissenschaften, Ökotropologie und Umweltmanagementder Justus-Liebig-Universität Gießen, Cuxhaven / Niedersachsen 2007.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Lettens, S., Devos, B., Quataert, P., Van Wesemael, B., Muys, B., and Van Orshoven, J.,** 2007, Variable carbon recovery of Walkley-Black analysis and implications for national soil organic carbon accounting, *European Journal of Soil Science*, 58: 1244–1253.
- Li, K., Zhao, L., Yuan, X., Zhao, H., Wang, Z., Li, S., and Malhi, S. S.,** 2012, Comparison of Factors Affecting Soil Nitrate Nitrogen and Ammonium Nitrogen Extraction, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 43:3, 571-588, DOI: 10.1080/00103624.2012.639108.
- Liang, J., Stewart, J. W. B., and Karamanos, R. E.,** 1991, Distribution and plant availability of soil copper fractions in Saskatchewan. *Can. J. Soil Sci.* 71:89-99.
- Lierop, W. van.,** 1986, Soil nitrate determination using the Kelowna multiple element extractant. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 17:1311-1329.
- Lindner, R. C.,** 1944. *Plant Physiol.* 19: 76-89.
- Lindner, R. C., and Harley, C. P.,** 1942, A rapid method for the determination of nitrogen in plant tissue. *Science* 96_ (1942), 565-566.
- Lindsay, W. L. and Norvell, W. A.,** 1978, Development of a DTPA Soil Test For Zinc, Iron, Manganese, and Copper. *Soil Sce. Soc. Am. J* 42, 421-428.
- Lindsay, W. L.,** 1972, Zinc in soils and plant Nutrition. *Adv. Agron.* 24, 147-186.
- Lindsay, W. L., and Norvell, W. A.,** 1969 a, Micronutrien soil test for zinc iron, manganese and copper. *Agron. Abstract* 84.
- Lindsay, W. L., and Norvell, W. A.,** 1969b, *Agron. Abstr.* p. 84.
- Lindsay, W. L., and Norvell, W. A.,** 1972, Reaction of DTPA chelates of Fe, Zn, and Cu, *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 36: 778-783p.
- Lindsay, W. L., and Norvell, W. A.,** 1978, Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese, and copper. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 42:421-428.
- Lindsay, W., L.,** 1979. *Chemical equilibria in soils.* John Wiley & Sons, New York.
- Lindsay, W.L., and Norvell, W.A.,** 1969, DTPA micronutrient soil test. *Agron. Abstr. American Society of Agronomy, Madison, Wl.* p. 84.
- Little, I. P.,** 1992, The Relationship Between Soil pH Measurements in Calcium Chloride and Water Suspensions. *Aust. J. Soil Res.* 30:587-592.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Liu, T. K., Odeh, R. T., Eitzinger, W. C., and Tabor, T. H.,** 1966, A Comparison of Clay Contents Determined by Hydrometer and Pipette Methods Using Reduced Major Axis Analysis. Soil Science Society Of America. Vol. 30 November-December 1966 No. 6. Pp. 665-669.
- Loeppert, R. H., and Hallmark, C. T.,** 1985, Indigenous soil properties influencing the availability of iron in calcareous soils. Soil Sci. Soc. Am. 1. 49:597-603.
- Loeppert, R.H., Hallmark, C. T., and Koshy, M. M.,** 1984, Routine procedure for rapid determination of soil carbonates. Soil Sci. Soc. Am. J. 48:1036-1033.
- Longenecker, D. E., and Layerly, P. J.,** 1964, Making soil pastes for salinity analysis: A reproducible capillary procedure. Soil Science, 97: 268–275.
- Lowther, J. R., Smethurst, P. J., Carlyle, J. C., and Nambiar, E. K. S.,** 1990, Methods for determining organic carbon in podzolic sands, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 21:5-6, 457-470, DOI: 10.1080 / 00103629009368245.
- Lucena, J. J.,** 2000, Effects of bicarbonate, nitrate and other environmental factors on iron deficiency chlorosis. A review, Journal of Plant Nutrition 23(11):1591-1606p.
- Lugger, M., Madrid, Y., and Camara, C.,** 1991, Combination of chemical modifiers and graphite tube pre-treatment to determine boron by Atomic absorption spectrometry. J. Anal. Atom Spectrom. 8, 669–672.
- Maguire, R. O., and Sims, J. T.,** 2002, Soil Testing to Predict Phosphorus Leaching. Published in J. Environ. Qual. 31:1601–1609 (2002).
- Mahler, R. L., Naylor, D. V., and Fredrickson, M. K.,** 1984, Hot water extraction of boron from soils using sealed plastic pouches. Comm. Soil Sci. Plant Anal. 15, 479–492.
- Mandel, J.,** 1966, Tests inter-laboratoires. Revue de statistique appliquée. 14(0):19-24.
- Maranhao, D. D. C., Pereira, M. G., Fontana, A., Vital, V. F., and Valladares, G. S. V.,** 2017, Comparison of methods for determination of carbon in calcareous soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, DOI: 10.1080/00103624.2017.1373797.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Marchal, J., Perrier, X., and Coradin, C.,** 1980, Variations entre laboratoires dans l'analyse des feuilles de bananier. *Fruits*. 35(11):663-674.
- Marcus, Y.,** 1991, Thermodynamics of Solvation of Ions, Part 5 . Gibbs Free Energy of Hydration at 298.15 K, *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, 1991, 87(18), 2995-2999p.
- Markert, B.,** 1996, Instrumental Element and Multi-element Analysis of Plant samples. John Wiley and Sons, 296pp.
- Marschner, H.,** 1995, Mineral nutrition of higher plants, Second edition, Academic Press, 889p.
- Marschner, H., Riimheld, V., and Kissel, M.,** 1986, Different strategies in higher plants in mobilization and uptake of iron. *Journal of Plant Nutrition* 9, 695-713p.
- Martens, D. C., and Lindsay, W. L.,** 1990, Testing soils for copper, iron, manganese, and zinc. In *Soil testing and plant analysis*, 3rd ed., ed. R. L. Westerman, 229–260. Madison, Wisc.: Soil Science Society of America.
- Martin, A. E., and Reeve, R.,** 1955, A rapid manometric method for determining soil carbonate. *Soil Sci.* 79:187-197.
- Martin, H. W., and Sparks, I.,** 1983, Kinetics of nonexchangeable potassium release from two coastal plain soils, *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 49, 371-376p.
- Martinic, G. D., and Schilt, A. A.,** 1976, Investigation of the wet oxidation efficiencies of perchloric acid mixture for various organic substances and the identities of residual matter. *Anal. Chem.* 48:70-74.
- Martin-Prevel, P., Gagnard, J., Gautier, P., Benton Jones Jr., J., and Holmes, M. R. J.,** 1987, *Plant Analysis. As a Guide to the Nutrient Requirements of Temperate and Tropical Crops*. Lavoisier Publishing Inc., ISBN 2-85206-364-6.
- Massart, D. L., Dijkstra, A., and Kaufman, L.,** 1978, *Evaluation and Optimization of Laboratory Methods and Analytical Procedures*. Elsevier, Amsterdam, The Netherlands.
- Matar, A. D., Garabein, S., Riahi, S., and Mazid, A.,** 1988, A comparison of four soil test procedures for the determination of available phosphorus in calcareous soils of the Mediterranean region. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 19:127-140.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Matejovic, I.**, 1995, Total nitrogen in plant material determined by means of dry combustion: A possible alternative to determination by Kjeldahl digestion, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 26:13-14, 2217-2229, DOI: 10.1080/ 00103629509369441.
- Matejovic, I.**, 1997, Determination of carbon and nitrogen in samples of various soils by the dry combustion, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 28:17-18, 1499-1511.
- Matejovic, I., and Durackova, A.**, 1994, Comparison of mehlich 1-, 2-, and 3-, calcium chloride-, bray-, olsen-, engler-, and schachtschabel-extractants for determinations of nutrient in two soil types, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 25:9-10, 1289-1302p.
- Matejovic, I., and Durackova, A.**, 1994, Comparison of microwave digestion, wet and dry mineralization, and solubilization of plant sample for determination of calcium, magnesium, potassium, phosphorus, sodium, iron, zinc, copper, and manganese, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 25:9-10, 1277-1288, DOI: 10.1080/00103629409369114.
- Matsue, N., and Wada, K.**, 1985, A New Equilibration Method for Cation-Exchange Capacity Measurement. American Society of Agronomy, Crop Science Society of America, and Soil Science Society of America Volume49, Issue3, May-June 1985, Pages 574-578. Matter. In Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods; Sparks,
- Matthees, H. L., He, Y., Owen, R. C., Hopkins, D., Deutsch, B., Lee, J., Clay, D. E., Reese, C., Malo, D. D., and DeSutter, D. M.**, 2017, Predicting Soil Electrical Conductivity of the Saturation Extract from a 1:1 Soil to Water Ratio, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 48:18, 2148-2154, DOI: 10.1080/00103624.2017.1407780.
- Maulood, P. M., Esmail, A. O., Dohuki, M. S. S., Darwesh, D. A.**, 2012, Comparison between Calcimetric and Titrimetric Methods for Calcium Carbonate Determination, Open Journal of Soil Science, 2012, 2, 263-268p.
- Maynard, D. G., and Kalra, Y. P.**, 1993, Nitrate and Exchangeable Ammonium Nitrogen. Soil Sampling and Methods of Analysis, M. R. Carter, Ed., Canadian Society of Soil Science. Chapter 5, Pp.25-38. © 1993 Lewis Publishers.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- McDonald, G. E., Peck, N. H., and Vittum, M. T.,** 1978, Relationship Between Ammonium Acetate-Acetic Acid and Morgan's Solution for Determining Extractable P, K, Ca, and Mg in Soils Derived from Calcareous Glacial Till, Commun. In Soil Science and Plant analysis, (1978),9(8),717-728p.
- McGeehan, S. L. and Naylor, D.V.,** 1988, Automated instrumental analysis of carbon and nitrogen in plant and soil samples, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 19:4, 493-505, DOI: 10.1080/00103628809367953.
- McIntosh, J. L.,** 1969, Bray and Morgan soil test extractants for testing acid soils from different parent materials. Agron. J. 61: 259-265.
- McKenzie, R. C., Sprout, C. H., and Clark, N. F.,** 1983, The relationships of the yield of irrigated barley to soil salinity as measured by several methods. Canadian Journal of Soil Science, 63: 519-528p.
- McLaren, R. G., and Crawford, D. V.,** 1973, Studies on soil copper: I. The fractionation of copper in soils. J. Soil Sci. 24:172-181.
- McLaughlin, M. J., and Champion, L.,** 1987, Sewage sludge as a phosphorus admendment for sesquioxides soils. Soil Sci. 143:113-119.
- McLean, E. O.,** 1982, Soil pH and Lime Requirement. In Methods of Soil Analysis Part 2: Chemical and Microbiological Properties 2nd Ed. (Editors: A.L. Page et al.), American Society of Agronomy Inc, No:9. Madison Wisconsin, USA. pp.199-224.
- McQuaker, N. R., Brown, D. F., and Kluckner, P. D.,** 1979, Digestion of environmental materials for analysis by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry. Anal. Chem. 51:1082-1084.
- Mehlich, A.,** 1978, Influence of fluoride, sulfate, and acidity on Extractable phosphorus, calcium, Magnesium and potassium. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 9:455-476.
- Mehlich, A.,** 1984, Mehlich 3 Soil Test Extractant: A Modification of Mehlich 2 Extractant, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 15:12, 1409-1416.
- Mengel, K.,** 1991, Ernährung und Stoffwechsel der Pflanze, 7., Überarbeitete Auflage, Gustav Fisher Verlag Jena-Germany, 466p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Mengel, K., and Schmeer, H.**, 1985, Effect of straw, cellulose and lignin on the turnover and availability of labelled ammonium nitrate. *Biol. Fert. Soils* 1: 175-181.
- Mengel, K., und Bübl, W.**, 1983, Verteilung von Eisen in Blättern von Weinreben mit HCO₃-indizierter Fe-Chlorose. *Z. Pflanz. Bodenkd.* 146: 560-571.
- Michaelson, G. J., Ping, C. L., Mitchell, G. A.**, 1987, Correlation of Mehlich 3, Bray 1, and ammonium acetate extractable P, K, Ca, and Mg for Alaskan Agricultural soils, *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, 18(9):1003-1015p.
- Mikhailova, E. A., Noble, R. R. P., and Post, C. J.**, 2003, Comparison of Soil Organic Carbon Recovery by Walkley-Black and Dry Combustion Methods in the Russian Chernozem, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 34:13-14, 1853-1860, DOI: 10.1081/CSS-120023220.
- Milivojevic, J. Z., Dalović, I. G., Jelić, M. Z., Trifunović, R. R., Bogdanović, D. M., Milošev, D. S., Nedeljković, B. D. D., and Bjelić, D. D.**, 2011, Distribution and forms of manganese in vertisols of Serbia. *J. Serb. Chem. Soc.* 76 (8) 1177–1190 (2011).
- Miller, R. O., and Kissel, D. E.**, 2010, Comparison of Soil pH Methods on Soils of North America. *Nutrient Management & Soil & Plant Analysis*, *Soil Sci. Soc. Am. J.* 74:310–316.
- Miller, R. O., and Kissel, D. E.**, 2010, Comparison of Soil pH Methods on Soils of North America, *SSSAJ: Volume 74: Number 1*, 310-316p.
- Mitchell, H. L.**, 1972, *J.A.O.A.C.* 55: 1-3p.
- Miyazawa, M., Pavan, M. A., and Block, M. F. M.**, 1984, Determination of Ca, Mg, K, Mn, Cu, Zn, Fe, and P in coffee, soybean, corn, sunflower, and pasture grass leaf tissues by a HCl extraction method, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 15:2, 141-147, DOI: 10.1080/00103628409367462.
- Morais, J. F.V.; Rabelo, N. A.**, 1986, A Simple Plant Tissue Digestion Method; Document No. 12; EMBRAPA-CNPAP: Goiania, Brazil, 1986.
- Morgan, M. F.**, 1935, The Universal soil testing system. *Conn. Agr. Exp. Sta. Bul.* 372.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Morris, D. R., Loeppert, R. H., and Moore, T. J.,** 1990, Indigenous soil factors influencing Fe chlorosis of soybean in calcareous soils. *Soil Sci. Soc. Am.* 1. 15:1329-1336.
- Motta, A. C. V.; Serrat, B. M.; Reissmann, C. B., and Dionisio, J. A.,** 2007, Eds. Micronutrientes na rocha, no solo e na planta. Curitiba, Universidade Federal do Paraná, 2007. 246p.
- Murphy, J. and Riley, J. P.,** 1962, A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. *Analytica Chimica Acta*, 27: 31–36.
- Myers, A. T., Dyal, S., and Borland, J. W.,** 1948, The Flame Photometer in Soil and Plant Analysis, *Soil Science Society of America Journal*, 1948, 12:127-130, DOI: 10.2136/sssaj1948.036159950012000C0027x.
- Mylavarapu, R., Obreza, T., Morgan, K., Hochmuth, G., Nair, V., and Wright, A.,** 2014b, Extraction of soil nutrients using Mehlich-3 reagent for acid-mineral soils of Florida (Florida Cooperative Extension Service Fact Sheet SL407). Gainesville, Florida: University of Florida, Institute of Food and Agricultural Sciences. The UF/IFAS Electronic Data Information Source (EDIS) database <http://edis.ifas.ufl.edu/ss620>.
- Naftel, J.,** 1939, Colorimetric microdetermination of boron. *Ind. Eng. chem. Anal.* Ed. 11:407-409.
- Neilsen, D., Hoyt, P. B., and MacKenzie, A. E.,** 1986, Distribution of soil Zn fractions in British Columbia interior orchard soils. *Can. J. Soil Sci.* 66:445-454.
- Neller, J. R.,** 1959, Extractable sulphate-sulphur in soils of Florida in relation to the amount of clay in the profile. *Soll Sci. Soc. Am. Proc.* 23, 346-348 (1959).
- Nelson D. W., and Sommers, L., E.,** 1996, Total carbon, organic carbon and organic matter. In: *Methods of Soil Analysis. Part 3-chemical Analysis.* ((Eds: Sparks et al.) SSSA Book Series No: 5, Wisconsin, Madison, USA. pp.961-1010.
- Nelson J. L., Boawn, L. C., and Viets, F. G. Jr.,** 1959, A method for assessing zinc status of soil using acid extractable zinc and “Titratable Alkalinity” values. *Soil Science* 86: 275-283.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Nelson, D. W.**, 1983, Determination of ammonium in KCl extracts of soils by the salicylate method, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 14:11, 1051-1062, DOI: 10.1080/00103628309367431.
- Nelson, D. W., Sommers, L. E.**, 1996, Total carbon, organic carbon and organic matter. In: *Methods of Soil Analysis. Part 3- Chemical Analysis*. ((Eds: Sparks et al.), SSAA Book series No.5 Wisconsin, Madison, USA. pp: 961-1010.
- Nelson, D.W.**, 1983, Determination of ammonium in KCl extracts of soils by the salicylate method. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.* 14:1051-1062.
- Nelson, D.W., and Sommers, L. E.**, 1980, Total nitrogen analysis of soil and plant tissues. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63:770-778.
- Nelson, R. E.**, 1982, Carbonate and Gypsum. S. 181-197, in Page, A. L., 1982, *Methods of Soil Analysis. Part 2* 2nd Ed., Nr. 9 in the series *Agronomy*. Hrsg. Amer. Socie. Of Agro., Inc., Soil Sci. Soc. Of America, Inc. Madison, Wisconsin, USA.
- Ngewoh, Z. S., Taylor, R. W., and Shuford, J. W.**, 1989, Exchangeable cations and CEC determinations of some highly weathered soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 20:17-18, 1833-1855, DOI: 10.1080/00103628909368187.
- Nieder, W.**, 2008, *Bodenchemische Versuche*. Skript. Institut für Geoökologie, Abteilung Bodenkunde und Bodenphysik, TU Braunschweig, 13s.
- Nielson, K. K., Mahoney, A.W., and Rogers, V. C.**, 1988, X-Ray Fluorescence and Atomic Absorption Spectrometry Measurements of Manganese, Iron, Copper, and Zinc in Selected Foods. *J. Agr. Food Chem.* 26:1211-1216.
- Nihlgard, B.**, 1996, *Utvardering av Markkemiska Analyser Efter Svenska Respektive Belgiska Metoder (Evaluation of Soil Chemical Analyses Using Swedish and Belgian Methods, Respectively)*, Internal Report; Lund University: Lund, Sweden.
- Nilsson, T., Kranz-Eliasson, B., and Bjurman, M.**, 1995, Measurement of pH in soil Samples from a Cutover Peatland in Sweden: The effect of electrolyte and solution/soil ratio, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 26:3-4, 361-374.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Njukeng, N. J., Nkeng, E. N., Ehabe, E. E., and Schnug, E.,** 2013, A Comparative Study on the use of Calcium Acetate Lactate, Calcium Chloride and Acidic Ammonium Acetate- Ethylene Diaminetetra Acetic Acid (AAAc-EDTA) for the Quantification of Extractable, P, K and Mg from Acidic Soils, International Research Journal of Pure & Applied Chemistry, 3(1): 22-31p.
- Noble, E. D.,** 1955, Anal. Chem. 27: 1413-1416.
- Nobrega, J. A., Nascentes, C. C., Araújo, G. C. L., Nogueira, A. R. A., and Pirola, C.,** 2007, High-Throughput Microwave-Assisted Digestion and Extraction Procedures for Agricultural Materials, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 38:17-18, 2333-2345, DOI: 10.1080/00103620701588452.
- Norman, R. J., and Stucki, J.W.,** 1981, The determination of nitrate and nitrite in soil extracts by ultraviolet spectrophotometry. Soil Sci. Soc. Amer. J. 45:347-353.
- Norman, R. J., Edberg, J. C., and J.W. Stucki,** 1985, Determination of nitrate in soil extracts by dual-wavelength ultraviolet spectrophotometry. Soil Sci. Soc. Amer. J. 49:1182-1185.
- Norvell, W. A.,** 1984, Comparison of Chelating Agents as Extractants for Metals in Diverse Soil Materials. Soil Sci. Soc. Am. J. 48:1285-1292.
- Novozamsky, I., Houba, V. J. G. J. van der Lee, J., van Eck, R., and Mingorance, M. D.,** 1993, A convenient wet digestion procedure for multielement analysis of plant materials, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 24:19-20, 2595-2605, DOI: 10.1080/00103629309368980.
- Novozamsky, I., Houba, V. J. G., van Eck, R., and van Vark, W.,** 1983, A novel digestion technique for multi-element plant analysis, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 14:3, 239-248.
- Novozamsky, I., van Eck, R., van der Lee, J. J., Houba, V. J. G. And Temminghoff, E.,** 1986, Determination of total sulphur and extractable sulphate in plant materials by inductively-coupled plasma atomic emission spectrometry, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 17:11, 1147-1157, DOI: 10.1080/00103628609367780.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Oliva, S. R., Raitio, H., and Mingorance, M. D.,** 2003, Comparison of Two Wet Digestion Procedures for Multi-element Analysis of Plant Samples, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 34:19-20, 2913-2923, DOI: 10.1081/ CSS-120025216.
- Olsen, C.,** 1929, On the determination of nitrogen in soils. With special reference to the presence of nitrates and nitrites. C. R. Trav. Lab. Carlsberg. Vol. 17, no. 3.
- Olsen, S. R., Cole, C. V., Watanabe, F. S., and Dean, L. A.,** 1954, Estimation of available phosphorus in soils by extraction with NaHCO₃, USDA Cir.939. U.S. Washington.
- O'Neill, J. V., and Webb, R. A.,** 1970, Simultaneous determination of nitrogen, phosphorous and potassium in plant material by automatic methods. J. Sci. Fd. Agric. 21 (1970), 217-219.
- Orphanos, P. I.,** 1978, Extraction of phosphorus from the major soils of Cyprus with water or bicarbonate, Plant and Soil 49, 417-420p.
- Oserkowsky, J.,** 1933, Quantitative relation between chlorophyll and iron in green and chlorotic pear leaves. Plant Physiol. 8:449-468.
- Oxenham, D. J., Catchpoole, V. R., and Dolby, G. R.,** 1983, A comparison of dry combustion and acid digestion for the determination of nitrogen in soil and plant material, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 14:2, 153-160, DOI: 10.1080/00103628309367351.
- Oxenham, D. J., Catchpoole, V.R., and Dolby, G. R.,** 1983, A comparison of dry combustion and acid digestion for the determination of nitrogen in soil and plant material, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 14:2, 153-160, DOI: 10.1080/00103628309367351.
- Öğüş, L.,** 1972, Erzurum Ovası Topraklarında Mahsul Yetiştirerek ve Kimyasal Ekstraksiyonla Tayin Olunan Serbest Hale Geçen Potasyum. A. Ü. Zir. Fak. Dergisi, No: 3 (1): 151-165., Erzurum.
- Özbek, H., Kaya, Z., Gök, M. ve Kaptan, H.,** 1995, Toprak Bilimi. Ç. Ü. Ziraat Fakültesi Genel Yayın No. 73, Ders Kitapları Yayın No. 16, ISBN: 3-432-84772-6.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Özbek, N.,** 1953, Ankara Topraklarının Potasyum Durumu ve Toprağın Gübre İhtiyacının Tayininde Kullanılan Laboratuvar Metotlarının Kıymetleri Üzerine Bir Araştırma. A. Ü. Zir. Fak. Yayın No: 43, Ankara.
- Özbek, N.,** 1971, Çeşitli Bölge Topraklarımızın Fosfor Statülerinin Tayininde Kullanılacak Kimyasal Metodlar Üzerinde Araştırmalar. A. Ü. Ziraat Fakültesi Yayınları No: 435. Ankara.
- Özbek, N.,** 1973, Toprak verimliliği ve gübreler I. Toprak verimliliği. Ankara Üniv. Zir. Fak. Ders Kitabı No: 170.
- Özgümüş, A.,** 1994, Analitik Kimya 1 Uygulama Kılavuzu, II. Baskı, U. Ü. Ziraat Fakültesi, Uygulama Kılavuzları No: 6. Bursa-1994.
- Parker, D. R., and Gardner, E. H.,** 1981, The determination of hot-water-soluble boron in some acid Oregon soils using a modified azomethine-H procedure. Commun. Soil Sci. Plant Anal.12:1311-1322.
- Parker, D. R., and Gardner, E. H.,** 1981, The determination of hot-water-soluble boron in some acid Oregon soils using a modified azomethine-H procedure. Commun. Soil Sci. Plant Anal.12:1311-1322.
- Parkinson, J. A., and Allen, S. E.,** 1975, A wet digestion procedure suitable for the determination of nitrogen and mineral nutrients in biological material. Commun. Soil Sci. Plant Analysis 6 (1975), 1-11.
- Pearson, D.,** 1970, Determination of phosphate by the vanadomolybdate colorimetric method, p23-24. IN: The Chemical Analysis of Foods (6th edition). J. and A. Churchill, London.
- Peck, T.R., Soltanpour, P.N.,** 1990, The principles of soil testing. In: Westerman R.L. (ed.): Soil testing and plant analysis. 3rd edition. Soil Science of America, Inc. Madison, Wisconsin, 1–9.
- Pennington, H. D., Finch, C. R., Lyons, C. C., and Littair, S. A.,** 1991, Microwave digestion of plant samples for boron analysis. Hort Science 26:1496-1497.
- Pereira, M. G., Espindula, A. Jr., Valladares, G. S., Anjos, L.H. C., Benites, V. M., and Schultz, N.,** 2006, Comparison of Total Nitrogen Methods Applied for Histosols and Soil Horizons with High Organic Matter Content, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 37:7-8, 939-943, DOI: 10.1080/00103620600584743.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Perez, D. V., de Alcantara, S., Arruda, R. J., and Meneghelli, N. A.,** 2001, Comparing two Methods for Soil Carbon and Nitrogen Determination Using Selected Brazilian Soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 32:1-2, 295-309, DOI: 10.1081/CSS-100103008.
- Peterson, G. W., Chesters, J., and Lee, G. B.,** 1966, Quantitative de-termination of calcite and dolomite in soils. J. Soil Sci. 17:328-338.
- Petriconi, G.L., and Papee, N.M.** 1971, On routine colorimetric determination of trace nitrates, by brucine, in presence of chloride. Water Air Soil Pollut. 1:42-49.
- Pinta, M.,** 1968, Methodes de reference pour la determination des elements minéraux dans les végétaux, Azote, Phosphore, Potassium, Sodium, Calcium, Magnésium. IInd.Col. Eur. Med. Controle Alim. Pl. Cult., Sevilla, Sept. 1968.
- Pinta, M., and & Comité Inter-Instituts d'Etude des Techniques Analytiques de Diagnostic Foliaire (I.I.C.),** 1975, Etalons végétaux pour l'analyse foliaire. Analisis 3(6): 345-353.
- Piper, C. S.,** 1942, Soil and Plant Analysis: A Laboratory Manual of Methods for the Examination of Soils and the Determination of the Inorganic Constituents of Plants. pp. 368. Waite Agricultural Research Institute. Interscience Publishers, Michigan, USA.
- Piper, C. S.,** 1944, Soil and Plant Analysis: A Laboratory Manual of Methods for the Examination of Soils and the Determination of the Inorganic Constituents of Plants. Interscience Publishers, Inc., New York, NY.
- Piper, C. S.,** 1950, Soil and Plant Analysis. Interscience Publ. New York. 368 pp.
- Pittman, J. J., Kress, M. W., and Zhang, H.,** 2001, Comparison of two soil salinity extraction methods. Available at [ipec. utulsa.edu/ Ipec/ Conf2001/ Conf/ Zhang_31.pdf](http://ipec.utulsa.edu/Ipec/Conf2001/Conf/Zhang_31.pdf) (accessed June 2003).
- Pollman, R. M.,** 1991, Atomic Absorption Spectrometric Determination of Calcium and Magnesium and Colometric Determination of Phosphorus in Cheese: Collaborative Study. J. Assoc. Off. Anal. Chem.74:27-31.
- Ponnamperuma, F. N., Cayton, M. T., and Lantin, R. S.,** 1981, Dilute Hydrochloric Acid As An Extractant for Available Zinc, Copper and Boron in Rice Soils, Plant and Soil 61, (1981), 297-310p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Pradhan A.K., Beura K.S., Das R., Padhan D., Hazra G.C., Mandal B., De N., Mishra V.N., Polara K.B., and Sharma S.,** 2015, Evaluation of extractability of different extractants for zinc and copper in soils under long-term fertilization. *Plant Soil Environ*, 61: 227-233p.
- Pratt, P. E.,** 1965, Potassium. In *Methods of Soil Analysis*, C.A., Black (Ed). Part 2. Agronomy 9, Amer. Soc. of Agron., Madison, Wis., 1022 -1030p.
- Price, W.J.,** 1979, *Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption*. ISBN: 0-885501-455-5. Heyden, London, England.
- Qader, R. K., Dikici, H., and Demir, Ö. F.,** 2017, Karbon / Azot Oranının Organik Toprakların Bazı Özellikleri Üzerine Etkisi, *Toprak Su Dergisi*, 2017, Özel Sayı: 66-70s.
- Raij B. Van,** 1994, New diagnostic techniques, universal soil extractants. *Communication in Soil Science and Plant Analysis*, 25: 799–816.
- Raij, B. Van.,** 2008, *Gesso na agricultura*. Campinas, Instituto Agronômico, 2008. 233p.
- Randall, P.J., and Spencer, K.,** 1980, Sulfur content of plant material: A comparison of methods of oxidation prior to determination, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 11:3, 257-266, DOI: 10.1080/00103628009367034.
- Rao, C. S., Rao, A. S., and Takkar, P. N.,** 1998, Evaluation of several methods for determining the potassium content in diverse plant materials, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 29:17-18, 2785-2792, DOI: 10.1080/00103629809370153.
- Rashid, A.,** 1997, *Soil Testing and Plant Analysis Methodology for Dryland Research*. In: *Accomplishments and Future Challenges in Dryland Soil Fertility Research in The Mediterranean Area*. (Ed: Ryan, J.). ICARDA, Aleppo, Syria, P. 219-237.
- Rausell-Colom, J. A., Sweatman, T. R., Wells, C. B., and Norrish, K.,** 1965, *Experimental Pedology*, (E. G. Hallsworth and D. V. Crawford, editors), p. 40. Butterworths, London.
- Raveh, A., and Avnimelech, Y.,** 1971, Potentiometric determination of soil organic matter, *Soil Science Society of America Journal* 36:965-966.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Rechcigl, J. E., and Payne, G. G.,** 1990, Comparison of a microwave digestion system to other digestion methods for plant tissue analysis, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 21:19-20, 2209-2218, DOI: 10.1080/00103629009368373.
- Reddy, M. R., and Perkins, H. F.,** 1974, Fixation of Zinc by Clay Minerals¹. *Soil Science Society of America Journal*, 38(2), 229. doi:10.2136/sssaj1974.03615995003800020011.
- Rehm, G.W., and. Caldwell, A. C.,** 1968, Sulphur supplying capacity of soils and the relationship to soil type. *Soil Sci.* 105:355-361.
- Reisenauer, H. M.,** 1988, Determination of plant-available soil manganese. In *Manganese in soils and plants: Proceedings of the International Symposium on Manganese in Soils and Plants*, ed. R. D. Graham, R. J. Hannam, and N. C. Uren. Dordrecht, the Netherlands: Kluwer Academic.
- Reisenauer, H.M., Walsh, L. M., and Hoefft, R. G.,** 1973, p. 173-200. In L.M Walsh and I.D. Beaton (ed.) *Soil testing and plant analysis*. SSSA, Madison, WI.
- Reitmeier, R. F.,** 1946, Effect of moisture content on the dissolved and Exchangeable ions of soils of arid regions. *Soil Science*, 61: 195–214.
- Reuter, D. J., and Robinson, J. B.,** 1986, *Plant analysis: An Interpretation Manual*. Melbourne, Inkata Press, 1986. ISBN 0909605416.
- Revesz, R. N., and Aker, N.,** 1977, Automated determination of protein- nitrogen in cereals and grains. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60(6): 1238-1242.
- Rhoades, E. R., Kamara, P. Y., and Surron, P. M.,** 1981, Walkley-Black Digestion Efficiency and Relationship to Loss on Ignition for Selected Sierra Leone Soils, *Soil Sci. Am. J.*, Vol.45,1132-1135p.
- Rhoades, J. D.,** 1982. Cation exchange capacity. pp. 149-157. In A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.). *Methods of Soil Analysis, Part 2*. 2nd ed. ASA Madison, WI.
- Rhoades, J. D.,** 1996, Salinity: Electrical conductivity and total dissolved solids. In *Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods*; Sparks, D.L. (ed.), SSSA Book Series 5, ASA and SSSA: Madison, Wisc., 417–435.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Richards, L. A., Allison, L. E., Bernstein, L., Bower, C. A., Brown, J. W., Fireman, M., Hatcher, J. T., Hayward, H. E., Pearson, G. A., Reeve, R. C., Richards, L. A., and Wilcox, L. V.,** 1954, Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils. United States Department of Agriculture. Agriculture Handbook No. 60.
- Richardson, J. L., and Bigler, R. J.,** 1982, Comparison of walkley-black and dry combustion organic carbon determinations in calcareous water-logged north Dakota soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 13:3, 175-183, DOI: 10.1080/00103628209367256.
- Robbins, C. W. and Wiegand, C. L.,** 1996, Field and laboratory measurements. In Agricultural Salinity Assessment and Management; Tanji, K.K. (ed.), American Society of Civil Engineering: New York, 201–219.
- Roberts, S., and Koehler, E. E.,** 1968, An x-ray spectrographic method of determining total sulfur in soil extracts. Soil Sci. 106:164-171.
- Rodriguez-Suarez, J. A., Arias, M., Lopez, E., and Soto, B.,** 2008, Comparison of Multi-element to Single-Element Extractants for Macro- and Micronutrients in Acid Soils from Spain, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 39:1-2, 231-240, DOI: 10.1080/00103620701759228.
- Roger, A., Libohova, Z., Rossier, N., Joost, S., Maltas, A., Frossard, E., and Sinaj, S.,** 2014, Spatial variability of soil phosphorus in the Fribourg canton, Switzerland. 2013 Elsevier B.V., [http://dx.doi.org/ 10.1016/j.geoderma.2013.11.001](http://dx.doi.org/10.1016/j.geoderma.2013.11.001). Geoderma 217–218 (2014) 26–36.
- Rohman, P. C., and Cox, F. R.,** 1988, Evaluation of the Modified Olsen Extracting Reagent for Copper, Zinc and Manganese, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 19:16, 1859-1870, DOI: 10.1080/00103628809368056.
- Ross, D. S.,** 1995, Recommended Methods for Determining Soil Cation Exchange Capacity (Chapter 9). In: J.T., Sims, A., Wolf, eds. (1995) Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2nd edition. Newark, DE: University of Delaware Press, p.p. 62-69.
- Römheld, V.,** 1987, Different strategies for iron acquisition in higher plants, Physiol. Plantarum 70: 231-234p., Copenhagen 1987.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Rueter, D. J., Peverill, K. I. and Sparrow, L. A.,** 1999, Soil pH. p. 104–116. In Soil analysis: An Interpretation Manual. CSIRO Publ., Sydney, Australia.
- Sadusky, M. C., and Sparks, D. L.,** 1991, Anionic effects on potassium reactions in variable-charge Atlantic Coastal Plain soils., Soil Sci. Soc. Am. J., 55: 371-375p.
- Saeed, M., Fox, R. L.,** 1977, Relations between suspension pH and zinc Solubility in acid and calcareous soil. Soil Sci. 124: 199-204.
- Sağlam, M. T.,** 1994, Toprak Kimyası. Trakya Üniversitesi Tekirdağ Ziraat Fakültesi Basımevi, Yayın No: 190, Ders Kitabı No: 21, Tekirdağ.
- Sah, R. N.,** 1994, Nitrate-nitrogen determination a critical review, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 25:17-18, 2841-2869.
- Sah, R. N., and Brown, P. H.,** 1997, Techniques for boron determination and their application to the analysis of plant and soil samples. Plant and Soil 193: 15–33, 1997.
- Sah, R. N., and Mikkelsen, D. S.,** 1986, Transformations of inorganic phosphorus during the flooding and draining cycles of soil. Soil Sci. Soc. Am. J. 50: 62-67.
- Sah, R. N., and Miller, R.,** 1992, Spontaneous reaction for acid dissolution of biological tissues in closed vessels. Anal. Chem. 64:230-233.
- Sahrawat, K. L.,** 1979, Evaluation of some chemical extractants for determination of exchangeable ammonium in tropical rice soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 10:7, 1005-1013, DOI: 10.1080/00103627909366957.
- Sahrawat, K. L.,** 1980, A rapid non digestion method for determination of potassium in plant tissue. Com. Soil Sci. Plnt. Anal. 11:753-757.
- Sahrawat, K. L.,** 1980, A rapid nondigestion method for determination of potassium in plant tissue, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 11:7, 753-757, DOI: 10.1080/00103628009367077.
- Sahrawat, K. L.,** 1984, Potassium determination in grain samples using the non digestion (Dilute HCl extraction) method. Com. Soil Sci. Plant Anal. 15:81-86.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sahrawat, K. L., Rao, J. K., and Burford, J. R.,** 1987, Elemental composition of groundnut leaves as affected by age and iron chlorosis. *Journal of Plant Nutrition* 10:1041-1050.
- Sahrawat, K. L., Ravi Kumar, G., and Murthy, K. V. S.,** 2002, Sulfuric acid–selenium digestion for multielement analysis in a single plant digest, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 33:19-20, 3757-3765, DOI:10.1081/CSS-120015920.
- Sahrawat, K. L., Shirisha, K., Murthy, K. V. S., Gajbhiye, P. N., Kundu, S., Wani, S. P., and Pardhasaradhi, G.,** 2012, Comparative Evaluation of Inductively Coupled Plasma–Atomic Emission Spectroscopy and Colorimetric Methods for Determining Hot-Water-Extractable Boron in Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 43:6, 948-957, DOI: 10.1080/ 00103624.2012.653030.
- Salvarajah, N., Pavanadasivam, V., and Nandasena, K. A.,** 1982, Evaluation of extractants for Zn and Cu in paddy soils. *Plant and Soil* 68, 309-320 (1982).
- Sánchez, R. O., and Claverie, E.,** 1973, La determinación del carbono orgánico en suelos de la región pampeana. *Revista de Investigaciones Agrarias (Serie3)* X:141-157.
- Sansum, L., and Robinson, J.B.D.,** 1974, Wet digestion, manual and automated analysis of total sulphur in plant material. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 5: 365-383p.
- Sardi, K., and Debreczeni, K.,** 1992, Comparison of methods evaluating the plant available potassium content in soils of different types and potassium levels, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 23:17-20, 2613-2632, DOI: 10.1080/00103629209368760.
- Sarkar, D., Sheikh, A. A., Batabyal, K., and Mandal, B.,** 2014, Boron Estimation in Soil, Plant, and Water Samples using Spectrophotometric Methods, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 45:11, 1538-1550, DOI:10.1080/ 00103624.2014.904336.
- Sarkar, S., and Patra, S. K.,** 2017, Evaluation of Chemical Extraction Methods for Determining Plant Available Potassium in Some Soils of West Bengal, India, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, DOI: 10.1080/00103624.2017.1323087.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sarto, M. V. M., Steiner, F., and Lana, M. C.,** 2011, Assessment of Micronutrient Extractants From Soils Of Paraná, Brazil, R. Bras. Ci. Solo, 35: 2093-2103p.
- Sawhney, B. L., Frink, C. R. and Hill, D. E.,** 1970, Components of pH dependent Cation exchange capacity. Soil Sci. 109:272-278.
- Schachtschabel, P.,** 1961, Z. Pflanzenernähr. Bodenkd., 93: 125p.
- Schachtschabel, P.,** 1971, Methoden vergleich zur pH-Bestimmung von Boden, Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde, 130 (1971), 37-43s.
- Schachtschabel, P., Blume, H. P., Hartge, K. H., und Schwertmann, U.,** 1984, Lehrbuch der Bodenkunde, 11., Neu Bearbeitete Auflage, Erster Durchgesehener Nachdruck (Unter Mitarbeit von Brümmer, G., Renger, M.), Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, ISBN: 3432847718, 1984, 442p.
- Schachtschabel, P., Blume, H.-P., Brümmer, G., Hartge, K. H., und Schwertmann, U.,** 1989, Lehrbuch der Bodenkunde. Enke-Verlag, Stuttgart, 268.
- Schachtschabel, P., und Köster, W.,** 1978, Z. Pflanzenernährung und Bodenkunde, 141 (1978) 43.
- Schaller, K.,** 1988, Chemische Methoden der Bodenuntersuchung. Praktikum zur Bodenkunde und Pflanzenernährung, Geisenheim, ISBN: 3-980-1873-1-7.
- Scharpf, H. C. und Wehrmann, J.,** 1975, Die Bedeutung des Mineralstickstoffvorrates des Bodens zu Vegetationsbeginn für die Bemessung der N-Düngung zu Winterweizen. Landwirtsch. Forsch. Kongr.b. 32, 100-114.
- Scharpf, H. C., and Wehrmann, J.,** 1979, Der Mineralstickstoffgehalt des Bodens als Maßstab für den Stickstoffdüngerbedarf (Nmin-Methode). Plant and Soil, 52(1), 109–126. doi:10.1007/bf02197737.
- Scherer, H. W., und Vollmer, N.,** 1980, Z. Pflanzenernähr. Bodenkd., 143: 457p.
- Schilling, G.,** 2000, Pflanzenernährung und Düngung. Verlag Eugen Ulmer, Stuttgart. ISBN 3-8252-8189-2.
- Schlichting, E., und Blume, H. P.,** 1966, Bodenkundliches Praktikum, P. Parey Verlag, Hamburg-Germany, 1966, 209p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Schmidt, C., und Timmermann, F.,** 1989, Bestimmung löslicher N-Fractionen des Bodens in Abhängigkeit von Probenvorbereitung und Extraktionsverfahren. VDLUFA-Kongr.b.1988, 28, 517-526.
- Schmisek, M. E., Cihacek, L. J., and Swenson, L. J.,** 1998, Relationships between the Mehlich-III soil test extraction procedure and standard soil test methods in North Dakota, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 29:11-14, 1719-1729, DOI: 10.1080/00103629809370062.
- Schmitter, B. M.; and Rihs, T.,** 1989, Evaluation of a Macrocombustion Method for Total Nitrogen Determination in Feedstuffs. J. Agric. Food Chem. 1989, 37 (4), 992–994.
- Schnitzer, H. F., and Spiteller, M.,** 1986, The chemistry of the” unknown” soil nitrogen. Intern. Soil Sci. Congr. Hamburg, 1986.
- Schofield, R. K., and Taylor, A. W.,** 1955, The measurement of soil pH. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 19:164-167p.
- Schofield, R. K., and Taylor, A. W.,** 1955, The measurement of soil pH. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 19:164–167.
- Schollenberger, C. J.,** 1927, A Rapid Approximate Method for determining Soil Organic Matter. Soil Science: July 1927- Volume 24- Issue 1- p 65-68.
- Schröer, B., und Timmermann, F.,** 1989, Einfluss der Probenkonservierung (Gefrieren, Trocknen) auf die Nitratgehalte im Boden, ermittelt mit unterschiedlichen Nachweisverfahren. VDLUFA-Kongr. B. 1988, 28, 527-538.
- Schüller, H.,** 1969, Die CAL-Methode, eine neue Methode zur Bestimmung des pflanzenverfügbaren Phosphors im Boden, Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde, 123: 48-63p.
- Schwertmann, U.,** 1988, Some properties of soil and synthetic iron oxides. p. 203-251. In J.W. Stucki et al. (Ed.) Iron in soils and clay minerals. Reidel, Dordrecht, the Netherlands.
- Schwertmann, U., und Jackson, M. L.,** 1963, Science 139:1052.
- Searle, P. L.,** 1984, The Berthelot or Indophenol Reaction and Its Use in the Analytical Chemistry of Nitrogen. Analyst, 109, 549-568. <http://dx.doi.org/10.1039/an9840900549>.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sedberry, J. E. Jr., Miller, B. J., and Said, M. B.,** 1979, An evaluation of chemical methods for extracting zinc from soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 10:4, 689-701, DOI: 10.1080/00103627909366929.
- Selmer-Olsen A. R.,** 1971, Determination of ammonium in soil extracts by an automated indophenol method. *Analyst* 96:565-568.
- Selvarajah, N., Pavanadasiam, V., and Nandasena, K. A.,** 1982, Evaluation of extractants for Zn and Cu in paddy soils, *Plant and Soil* 68, (1982), 309-320p.
- Selvarajah, N., Pavanadasivam, V., and Nandasena, K. A.,** 1982, Evaluation of extractants for Zn and Cu in paddy soils. *Plant and Soil* 68, 309-320 (1982).
- Shahandeh, H., Hossner, L. R., and Turner, E. T.,** 1994, A comparison of extraction methods for evaluating Fe and P in flooded rice soils, *Plant and Soil* (1994), 165: 219-225p.
- Shanina, T. M., Gelman, N. E., and Mikhailovskaya. V. S.,** 1967, Quantitative analysis of heteroorganic compounds. Spectrophotometric microdetermination of boron. *J. Anal. Chern. USSR* 22:663-667.
- Shirisha, K., Sahrawat, K.L., Murthy, K.V.S., Wani, S.P., Gajbhiye, P.N., and Kundu, S.,** 2010, Comparative Evaluation of ICP-AES and Turbidimetric Methods for Determining Extractable Sulfur in Soils, *Journal of the Indian Society of Soil Science*, Vol. 58, No. 3, 323-326p.
- Shuman, L. M.** 1980, Zinc in soils. In "Zinc in Environment, Part 1, Ecological cycling. (Ed. Nriagu, J. O.) pp.39-70 (John Wiley and Sons, London).
- Sikora, F. J., and Moore, K. P., (ed.),** 2014, *Soil Test Methods From the Southeastern United States*, Southern Cooperative Series Bulletin No. 419, USA, 2014, 211p.
- Simonne, E. H., Mills, H. A., Jones, J. B. Jr., Smittle, D. A., and Hussey, C. G.,** 1994, A comparison of analytical methods for nitrogen analysis in plant tissues, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 25:7-8, 943-954, DOI: 10.1080/00103629409369090.
- Sims, J. R., and Haby, V. A.,** 1971, Simplified Colorimetric Determination of Soil Organic Matter. *Soil Sci.*, Vol. 112, No.2.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sims, J. R., and Haby, V. A.**, 1971, Simplified Colorimetric Determination of Soil Organic Matter, Soil Sci., Vol.112, No.2, 137-141p.
- Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J.**, 1996, Fundamentals of Analytical Chemistry. Seventh Edition. Saunders College Publishing.
- Smith, I. D.**, 1991, Evaluation of the Foss–Heraeus Macro-N for the Determination of Nitrogen in a Wide Range of Foodstuffs, Ingredients and Biological Materials and Comparison with the Kjelfoss. Anal. Proc. 1991, 28, 320–324.
- Smith, M. W., and Storey, J.**, 1971, The analysis of pecan leaves by atomic absorption spectroscopy. Communications in Soil Science and Plant Analysis 2 (1971): 249-258.
- Smith, S. J., and Scott, A. D.**, 1966, Extractable potassium in Grundite illite. I. Method of extraction. Soil Science 102: 115-122p.
- Smith, V. R.**, 1979, A comparison between the H₂SO₄-H₂O₂-Li₂SO₄-Se oxidation method and alternative digestion procedures for plant nutrient analysis, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 10:7, 1067-1077, DOI: 10.1080/00103627909366962.
- Smith, V. R.**, 1979, A comparison between the H₂SO₄-H₂O₂-Li₂SO₄-Se oxidation method and alternative digestion procedures for plant nutrient analysis., Communications in Soil Science and Plant Analysis, 10:7, 1067-1077, DOI: 10.1080/ 00103627909366962.
- Snell, F. D., and Snell, C. T.**, 1949, Colorimetric methods of analysis. Vol. I I, 3rd Ed., D. van Nostrand and Co. Inc.
- Sobral, L. F., Smyth, J. T., Fageria, N. K., and Stone, L. F.**, 2013, Comparison of Copper, Manganese, and Zinc Extraction with Mehlich 1, Mehlich 3, and DTPA Solutions for Soils of the Brazilian Coastal Tablelands, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 44:17, 2507-2513, DOI: 10.1080/00103624.2013.812731.
- Soltanpour P. N., and Workman S. M.**, 1981, Use of Inductively-Coupled Plasma Spectroscopy for the Simultaneous Determination of Macro and Micro Nutrients in NH₄HCO₃-DTPA Extracts of Soils. In Barnes R.M. (Ed.). Developments in Atomic Plasma Analysis, pp. 673-680, USA.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Soltanpour, P. N., and Schwab, A. P.,** 1977, A New Soil Test for Simultaneous Extraction of Macro- and Micro-Nutrients in Alkaline Soils, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 8:3, 195-207,
- Soltanpour, P. N., and Workman, S.,** 1979, Modification of the NH_4HCO_3 -DTPA soil test to omit carbon black. Commun. Soil Sci. Plant anal. 10:1411-1420.
- Soltanpour, P. N., Jones, J. P., and Workman, S. M.,** 1982, Optical emission spectrometry. In: Page, A.L. (Ed.) Methods Soil Analysis. American Society of Agronomy, Madison, W.I., pp. 29-65.
- Soltanpour, P. N., Khan, A., and Schwab, A. P.,** 1979, Effect of grinding variables on the NH_4HCO_3 -dtpa soil test values for Fe, Zn, Mn, Cu, P, and K, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 10:6, 903-909, DOI: 10.1080 / 00103627909366948.
- Soltanpour, P. N., Workman, S. M., and Schwab, A.P.,** 1979, Use of inductively-coupled plasma spectrometry for the simultaneous determination of macro- and micro-nutrients in NH_4HCO_3 -DTPA extracts of soils. Soil Sci. Soc. Am. J. 43:75-78.
- Sonneveld, C., and Van Den Ende, J.,** 1971, Soil Analysis by Means of a 1:2 Volume Extract. Plant and Soil 35, 505-516.
- Soon, Y. K., and Abboud, S.,** 1991, A comparison of some methods for soil organic carbon determination, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 22:9-10, 943-954, DOI: 10.1080/00103629109368465.
- Soon, Y. K., Kalra, Y. P., and Abboud, S. A.,** 1996, Comparison of some methods for the determination of total sulfur in plant tissues, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 27:3-4, 809-818p.
- Sparks, D. L., Page, A. L., Helmke, P.A., Loeppert, R. H., Soltanpour, P. N., Tabatabai, M. A., Johnston, C. T., and Sumner, M. E.,** 1996, Methods of Soil Analysis, Part3, Chemical Methods. Soil Science Society of America, Inc. American Society of Agronomy, Inc. Madison, Wisconsin, USA 1996.
- Spencer, K. and Freney, J. R.,** 1960, A comparison of several procedures for estimating the sulphur status of soils. Australian J. Agr. Research 11,948-959 (1960).

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Spencer, K., and Freney, J. R.,** 1960, A comparison of several procedures for estimating the sulphur status of soils. *Aust. J. Agric. Res.* 11:948-959.
- Spiers, G. A., Dudas, M. J., and Hodgins, L. W.,** 1983, Instrumental conditions and procedure for multielement analysis of soils and plant tissue by ICP-AES, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 14:7, 629-644, DOI: 10.1080/00103628309367394.
- Stecher, P. G., (ed.)** 1968, *The Merck Index*, Herik and Co., p. 856.
- Stevenson, F. J.,** 1986, The micronutrient cycle. In *Cycles of soil: Carbon, nitrogen, phosphorous, sulfur, and micronutrients*. John Wiley & Sons, New York.
- Sticher, H., and Bach, R.,** 1966, *Soils a. Fert.*, 29:321.
- Stünzi, H.,** 2006, Zur Phosphor-Bodenextraktion mit Ammoniumacetat-EDTA (AAE10), *AgrarForschung* 13(11-12): 488-493p.
- Suarez, D. L.,** 1996, Beryllium, Magnesium, Calcium, Strontium, and Barium. Chapter 20. *Methods of Soil Analysis. Part 3- Chemical Analysis.* ((Eds: Sparks et al.), SSSA Book series No.5 Wisconsin, Madison, USA. pp: 575-601.
- Sumner, M. E.,** 1994, Measurement of soil pH: Problems and Solutions, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 25:7-8, 859-879.
- Sumner, M. E., and Miller, W. P.,** 1996, Cation Exchange Capacity and Exchange Coefficients. In: Sparks, D.L., Ed., *Methods of Soil Analysis Part 3: Chemical Methods*, SSSA Book Series 5, Soil Science Society of America, Madison, Wisconsin, 1201-1230.
- Tabatabai, M. A., and Bremner, J. M.,** 1972b, Forms of sulfur, and carbon, nitrogen, and sulfur relationships, in Iowa soils. *Soil Sci.* 114:380-386.
- Tabatabai, M. A.,** 1982, Sulfur, pp. 501-538. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.), *Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties.* 2nd ed. Agronomy No. 9. American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Tabatabai, M. A.,** 1996a, Soil organic matter testing: An overview. pp. 1-9. In: *Soil Organic Matter: Analysis and Interpretation.* SSSA Spec. Publ. No. 46. Soil Science Society of America, Madison, WI.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Tabatabai, M. A.**, 1996b, Sulfur Chapter 33. Methods of Soil Analysis. Part 3- Chemical Analysis. ((Eds: Sparks et al.), SSAA Book series No.5 Wisconsin, Madison, USA. pp: 921-960.
- Tabatabai, M.A.**, 1982, Sulfur, pp. 501-538. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.), Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agronomy No. 9. American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Takkar, P. N., and Kaur, N. P.**, 1984, HCL method for Fe²⁺ estimation to resolve iron chlorosis in plants, Journal of Plant Nutrition, 7:1-5, 81-90, DOI: 10.1080/ 01904168409363176.
- Tepecik, M., Barlas, N. T., İrget, M. E., ve Aksoy, F.**, 2014b, Şaraplık Bağların Beslenme Durumunun İncelenmesi. E. Ü. Ziraat Fakültesi, Dergisi, 2014, 51 (3): 229-236.
- Tepecik, M., Barlas, N. T., ve Çobanoğlu, Ö.**, 2014a, Turgutlu Bağlarının Beslenmesi. E. Ü. Ziraat Fakültesi, Dergisi, 2014, 51 (1): 49-58.
- Thomas, J.**, 1986, Ion Selective Electrode Reviews, Volume 7. UK: Pergamon Press.
- Tiller, K. G., Gerth, J., and Brümmer, G.**, 1984, Geoderma 34, 17-35.
- Tiraboschi, D. B., de López Camelo, L.G., de Sesé, Z. M., and Barberis, L. A.**, 1980, Estimación De La Disponibilidad De Cobrey Zinc En Los Suelos De La Depresión Del Salado. Actas de la IX Reunión Argentina de las Ciencias del Suelo 1:243-253.
- Topper, K., and Kotuby-Amacher, J.**, 1990, Evaluation of a closed vessel acid digestion method for plant analyses using inductively coupled plasma spectrometry, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 21:13-16, 1437-1455, DOI: 10.1080/00103629009368315.
- Trierweiler, J. F., and Lindsay, W. L.**, 1969, EDTA-ammonium carbonate soil test for zinc. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 33:49-54.
- Tural, H.**, 1981, Enstrümental Analiz. Elektro Analitik ve Kromatografik Yöntemler. E. Ü. Kimya Fakültesi, Bornova-İzmir.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Turan, M. A., Katkat, A. V., Özsoy, G. ve Taban, S.,** 2010, Bursa İli Alüviyal Tarım Topraklarının Verimlilik Durumları ve Potansiyel Beslenme Sorunlarının Belirlenmesi, U. Ü. ZİRAAT FAKÜLTESİ DERGİSİ, 2010, Cilt 24, Sayı 1, 115-130s.
- Turner, M. D., and Brooks, P. D.,** 1992, Evaluation of the use of H₂SO₄-H₂O₂ digestions for the elemental analysis of plant tissue by ICP spectrometry, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 23:5-6, 559-567, DOI: 10.1080/00103629209368609.
- Turner, R. C., Skinner, S. I. M.,** 1960, An investigation of the intercept method for determining the proportion of dolomite and calcite in mixtures of two: II. Experimental rates of solution of dolomite and calcite in Samples consisting of crystals. Can. J. Soil Sci. 40, 232-241.
- Turunçoğlu, U. U., Türkeş, M., Bozkurt, D., Önel, B., Şen, Ö. L., and Dalfes, H. N.,** 2018, Climate. The Soils of Turkey. ISBN 978-3-319-64390-8.
- Ulrich, B.,** 1981, Z. Pflanzenernahrung Bodenkunde.144: 289.
- Usher, C. D., and Telling, G. M.,** 1975, Analysis of nitrate and nitrite in foodstuffs: A critical review. Journal of the Science of Food and Agriculture. Volume26, Issue11, November 1975, Pages 1793-1805.
- Uysal, E., Şen, O., Daş Kılıç, Ö., Candan, N., Uzun, N., Üner, K., Albayrak, B., Bıyıklı, M., Üglü ve G., Rahmanoğlu, N.,** 2017, Türkiye'nin önemli sanayi domatesi üretim alanları topraklarının bitkiye elverişli bor ve domatesin bor beslenme durumunun belirlenmesi, Journal of Boron, 2 (3), 161-167s.
- Ülgen, N, Eyüpoğlu, F., Kurucu, N. ve Talaz, S.,** 1989, Türkiye Topraklarının Bitkilere Yararışlı Kükürt Durumu. Tarım Orman ve Köyişleri Bakanlığı Köy Hizmetleri Genel Müdürlüğü Toprak ve Gübre Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, Ankara. Genel Yayın No: 162, Teknik Yayın No: 60, 100s.
- Van Delft, W. and Vos, G.,** 1988, Comparison of digestion procedures for the determination of mercury in soils by cold-vapor atomic absorption spectrometry. Anal. Chem. Acta 209:147-156.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Van Laak, M., Klingenberg, U., Peiter, E., Reitz, T., Zimmer, D., and Buczko, U.,** 2018, The equivalence of the Calcium-Acetate-Lactate and Double-Lactate extraction methods to assess soil phosphorus fertility. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* 2018, 000, 1–7 DOI: 10.1002/jpln.201700366.
- Van Slyke, D. D., and Hiller, A. J.,** 1933, *BioChem.* 102: 499.
- Vaughan, B.,** 1991, Evaluation of AB-DTPA as a soil extractant for plant available sulfur. p. 304. In *Agronomy abstracts*. ASA, Madison, WI.
- Vaughan, B., and Claassen, L.,** 1996, Optimising an inductively coupled plasma emission spectrometer analysis time with the use of a direct injection nebuliser. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.* 27, 819–827.
- Vendrell, P. F., and Zupancic, J.,** 1990, Determination of soil nitrate by transnitration of salicylic acid. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 21:1705-1703.
- Vendrell, P. F., Frank, K., and Denning, J.,** 1990, Determination of soil sulfur by inductively coupled plasma spectroscopy, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 21:13-16, 1695-1703, DOI: 10.1080/00103629009368333.
- Verdouw H., van Echteld, C. J. A., and Dekkers, E. M. J.,** 1978, Ammonia determination based on indophenol formation with sodiumsalicylate. *Water Research* 12:399-402.
- Vielemeyer, H. P., Hundt, I., Neubert, P.,** 1980, Untersuchung zur Weiterentwicklung des Pflanzenanalyseverfahrens zur Operativen Korrektur der 2. N Gabe bei Wintergetreide. *Arch. Acker-und Pflanzenbau und Bodenkunde*, 24 (4), 261-266.
- Vocasek, F. F., and Friedericks, J. B.,** 1994, Soil Micronutrient extraction by Mehlich-3 compared to CaCl₂-DTPA, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 25:9-10, 1583-1593, DOI: 10.1080/00103629409369137.
- Wada, K., and Harada, Y.,** 1969, Effects of salt concentration and cation species on the measured cation exchange capacity of soils and clays. *Proc. Int. Clay Conf.*, Tokyo 1:561-571.
- Walker, D. R., and Domenbal, G.,** 1972, Soil sulfate: II. As an index of the sulfur available to legumes. *Can. 1. Soil Sci.* 52:261-266.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Walkley, A. and Black, I.A.,** 1934, An Examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Sci.* 37:29-38.
- Walkley, A.,** 1947, A Critical Examination of a Rapid Method for Determining Organic Carbon in Soils: Effect of Variations in Digestion Conditions and of Inorganic Soil Constituents. *Soil Science*, 63, 251-264.
<http://dx.doi.org/10.1097/00010694-194704000-00001>.
- Wall, L. L., Gehrke, C W., and Suzuki, J.,** 1980, An automated turbidimetric method for total sulfur in plant tissue and sulfate sulfur in soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 11:11, 1087-1103, DOI: 10.1080/00103628009367107.
- Walsh, L. M., and Beaton, J. D.,** 1973, (Edit): *Soil Testing and Plant Analysis*. Publ. Soil Sci. Soc. Amer., Inc., Madison, Wisc. USA.
- Walworth, J. L., Gavlak, R. G., and Pandera, M. T.,** 1992, Mahlich 3 Extraktant for Determination of Available B, Cu, Fe, Mn and Zn in Cryic Alaskan Soils. *Canadian J. Soil Sci.* 72:517-526.
- Wang, D., and Anderson, D. W.,** 1998, Direct measurement of organic carbon content in soils by the Leco CR-12 carbon analyzer, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 29:1-2, 15-21.
- Wang, J. J., Harrell, D. L., Henderson, R. E., and Bell, P. E.,** 2004, Comparison of Soil-Test Extractants for Phosphorus, Potassium, Calcium, Magnesium, Sodium, Zinc, Copper, Manganese, and Iron in Louisiana Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 35:1-2, 145-160p.
- Wang, J. J., Harrell, D. L., Henderson, R. E., and Bell, P. E.,** 2004, Comparison of Soil-Test Extractants for Phosphorus, Potassium, Calcium, Magnesium, Sodium, Zinc, Copper, Manganese, and Iron in Louisiana Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 35:1-2, 145-160p.
- Wang, X. J., Smethurst, P. J. and Herbert, A.M.,** 1996, Relationships between three measures of organic matter or carbon in soils of eucalypt plantations in Tasmania. *Australian J. Soil Res.* 34:545-553.
- Ward, N. I., Abu-Shakra, F. R., and Durrant, S. F.,** 1990, Trace element content of biological materials: A comparison of NAA and ICP–MS analysis. *Biol. Trace Element Res.* 26, 177–187.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Warman, P. R., and Sampson, H. G.,** 1992, Evaluation of soil sulfate extractants and methods of analysis for plant available sulfur, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 23:7-8, 793-803, DOI: 10.1080/00103629209368629.
- Watson, M. E., and Galliher, T. L.,** 2001, Comparison of Dumas and Kjeldahl methods with automatic analyzers on agricultural samples under routine rapid analysis conditions, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 32:13-14, 2007-2019.
- Wear, J. I.,** 1965, Boron. p. 1059-1063. In C.A. Black et al. (Ed.) *Methods of soil analysis. Part 2. Agronomy Monogr 9. ASA, Madison, WI.*
- Weatherburn, M.W.,** 1967, Phenol-hypochlorite reaction for determination of ammonia. *Anal. Chem.* 39:971-974.
- Wehrmann, J., und Scharpf, H. C.,** 1979, Der Mineral Stickstoffgehalt des Bodens als Massstab für die Stickstoffdünger Bedarf (N_{min} -Methode). *Plant and Soil*, 52, 109-126.
- Wells, C. B., and Norrish, K.,** 1968, *Trans. 9th Int. Congr. Soil Sci.* II, 683p.
- West, A. C., and Cooke, W. D.,** 1960, Elimination of anion interference in flame spectroscopy. Use of ethylenedinitrilo tetraacetic acid. *Anal. Chem.* 32:1471-1474.
- Westgard, J. O., and Hunt, M. R.,** 1973, Use and interpretation of common statistical tests in method-comparison studies. *Clinical Chem.* 19(1):49-57.
- White, R.T., and Douthit, G. E.,** 1985, Use of microwave oven and nitric acid-hydrogen peroxide digestion to prepare botanical materials for elemental analysis by inductively coupled argon plasma emission spectroscopy. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 68:766-769.
- Williams, C. H., and Steinbergs, A.,** 1959, Soil sulphur fractions as chemical indices of available sulphur in some Australian soils. *Australian J. Agr. Research* 10, 340-352 (1959).
- Williams, C. H., and Steinbergs, A.,** 1962, The Evaluation of Plant-Available Sulphur in Soils. I. The chemical nature of sulphate in some Australian soils. *Plant and Soil* XVII, No. 3 December 1962.
- Williams, W. J.,** 1979, *Handbook of anion determination*, 23-39. London: Butterworth.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Wolf, A. and Beegle, D.,** 1995, Recommended soil test for macronutrients: phosphorus, potassium, calcium and magnesium. In: Horton ML (Ed) Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States, 2nd edn. Northeastern regional Publication No. 453, 1995; Website: http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/Chap5-95.pdf (accessed Oct 2004).
- Wolf, B. A.,** 1982, Comprehensive System of Leaf Analysis and Its Use for Diagnosing Crop Nutrient Status. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 1982, 13, 1035–1059.
- Wolf, B.,** 1971, The determination of boron in soil extracts, plant materials, composts, manures, water and nutrient solutions. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 2:363-374.
- Wolf, B.,** 1974, Improvement in the azomethine-H method for the determination of boron. Comm. Soil Sci. Plant Anal. 5, 39–44.
- Wollring, J.,** 1983, Der Nitratgehalt in der Halmbasis als Massstab für den Stickstoffdüngerbedarf bei Wintergetreide. Diss. d. Fak. Gartenb. u. Landesk. d. Univ. Hannover.
- Woods, M. S.,** 2006, Nonacid Cation Bioavailability in Sand Rootzones. PhD Thesis. Cornell University, Ithaca, NY, pp. 91–113.
- Wuenschel, R., Unterfrauner, H., Peticzka, R., and Zehetner, F.,** 2015, A comparison of 14 soil phosphorus extraction methods applied to 50 agricultural soils from Central Europe, Plant Soil Environ, Vol. 61, 2015, No. 2: 86–96p.
- Yaalon, D. H.,** 1957, Problems of soil testing on calcareous soils, Plant Soil 8: 275-288p.
- Yağmur, B. ve Okur, B.,** 2018, Ege Bölgesi Salihli İlçesi Bağ Plantasyonlarının Verimlilik Durumları ve Ağır Metal İçerikleri, Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi, 2018: 15 (01), 111-122s.
- Yağmur, B.,** 1997, Güney Marmara Bölgesi Sanayi Domates Alanlarının Azot Durumu ve Bu Alanların Faydalanılabilir Azot Miktarının Tayininde Kullanılacak Yöntemler. E. Ü. Fen Bil. Enst. Toprak ABD, Bornova-İzmir (Doktora Tezi).

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ye, Y. L., Zhang, F. S., and Li, S. X.,** 2001, Study on soil N supplying indexes. Chinese Journal of Soil Science 32(6): 273–277.
- Yener, H., Aydın, Ş. ve Güleç, I.,** 2002, Alaşehir Yöresi Kavaklıdere Bağlarının Beslenme Durumu, Anadolu Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü Dergisi, 12 (2002).
- Yener, H., Çoban, H., ve Çakıcı, H.,** 2008, Yapraktan Potasyum (K) Uygulamalarının Sultani Çekirdeksiz (*Vitis vinifera* L.) Üzüm Çeşidinde Üzüm Verimi ve Yaprakların N, P, K İçerikleri Üzerine Etkisi. E. Ü. Ziraat Fakültesi, Dergisi, 2008, 45 (1): 21-25.
- Yeomans, J. C., and Bremner, J. M.,** 1991, Carbon and nitrogen analysis of soils by automated combustion techniques, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 22:9-10, 843-850, DOI: 10.1080/00103629109368458.
- Yıldız, N.,** 1994, Pasinler Ovası Topraklarında Bitkiye Elverişli Azotun belirlenmesinde Kullanılabilecek Kimyasal Ekstraksiyon Yöntemlerinin Seçimi. A.Ü. fen Bil. Enst. Toprak ABD, Erzurum (Doktora Tezi).
- Yoshida, S., Fermo, D. A., Cock, J. H., and Gomez. K. A.,** 1976, Laboratory Manual for Physiological Studies of Rice. IRRI, Manila, Philippines.
- Young, E. O., Donald S. Ross, D. S., and Hoskins, B. R.,** 2017, Phosphorus in Morgan Soil Test Extracts Measured By Molybdate Colorimetric and Inductively Coupled Plasma Spectroscopy Methods, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 48:20, 2434-2446, DOI: 10.1080/00103624.2017.1411936.
- Yurtsever, N.,** 1984, Deneysel İstatistik Metotları. T. C. Tarım Orman ve Köyişleri Bakanlığı, Köy Hizmetleri Genel müdürlüğü Yayınları, Genel Yayın No:121, Teknik Yayın No: 56. Ankara.
- Zabunoğlu, S.,** 1967, Çarşamba Ovası Topraklarının Fosfor Durumu ve Bu Bölge Topraklarının Fosfor İhtiyaçlarının Tayininde Kullanılacak Metotlar Üzerinde Araştırmalar. A. Ü. Zir. Fak. Radyoloji ve Toprak Verimliliği Kürsüsü, Ankara, (Doç. Tezi).
- Zachariae, G.,** 1965, Spuren tierischer tatigkeiten im Boden des Buchenwaldes. Parey, Hamburg.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Zalba, P., and Galantini, J. A.,** 2007, Modified Soil-Test Methods for Extractable Phosphorus in Acidic, Neutral, and Alkaline Soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 38(11-12), 1579–1587. DOI:10.1080/00103620701378508.
- Zarcinas, B. A., and Cartwright, B.,** 1983, Analysis of soil and plant material by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry. CSIRO Aust. Div. Soils Tech. Paper No. 45:1-36.
- Zarcinas, B. A., Cartwright, B., and Spouncer, L. R.,** 1987, Nitric acid digestion and multi-element analysis of plant material by inductively coupled plasma spectrometry, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 18:1, 131-146.
- Zbiral, J., and Nemec, P.,** 2002, Comparison of Mehlich 2, Mehlich 3, CAL, Egner, Olsen, and 0.01 M CaCl₂ Extractants For Determination of Phosphorus in Soils, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 33:15-18, 3405-3417, DOI: 10.1081/CSS-120014534.
- Zheljazkov, V. D., and McNeil, P.,** 2008, Comparison of Five Digestion Procedures for Recovery of Nutrients and Trace Elements in Plant Tissue, *Journal of Plant Nutrition*, 31:11, 1937-1946, DOI: 10.1080/01904160802402906.
- Zhu, Q., Ozores-Hampton, M., and Li, Y.,** 2016, Comparison of Mehlich-3 and Ammonium Bicarbonate-DTPA for the Extraction of Phosphorus and Potassium in Calcareous Soils from Florida, *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 47:20, 2315-2324, DOI: 10.1080/00103624.2016.1243713.

Ek Çizelge 1.

Örnek	pH _{sat}	pH _{1:1}	pH _{1:2,5}	pH _{1:5}	pH _{CaCl2}	pH _{KCl}	pH _{BaCl2}	EC _{sat}	EC _{1:1}
1	7,69	8,33	8,49	8,70	8,51	7,90	7,11	384,00	481,00
2	7,91	8,51	8,70	8,86	8,54	7,94	7,15	397,00	319,00
3	7,72	8,39	8,52	8,73	8,45	7,86	7,08	433,00	320,00
4	7,69	8,34	8,59	8,67	8,42	7,74	6,99	479,00	315,00
5	7,68	8,32	8,49	8,65	8,32	7,81	6,98	285,00	206,00
6	7,77	8,32	8,62	8,70	8,33	7,89	7,03	285,00	242,00
7	7,92	8,28	8,73	8,66	8,42	7,92	7,04	150,00	127,00
8	7,97	8,27	8,77	8,66	8,41	7,96	7,09	147,00	116,00
9	7,82	8,36	8,53	8,64	8,31	7,93	7,01	372,00	257,00
10	7,95	8,46	8,77	8,78	8,35	7,97	7,09	282,00	212,00
11	8,03	8,54	8,87	8,86	8,42	8,01	7,30	212,00	179,00
12	8,03	8,54	8,90	8,87	8,43	8,08	7,34	233,00	184,00
13	7,72	8,32	8,57	8,48	8,16	7,78	6,98	357,00	301,00
14	6,74	7,15	7,91	7,79	7,49	6,82	6,20	778,00	568,00
15	7,95	8,43	8,82	8,61	8,21	7,84	6,88	329,00	285,00
16	8,03	8,43	8,83	8,80	8,37	7,91	7,22	295,00	274,00
17	7,85	8,28	8,51	8,47	8,28	7,80	7,12	542,00	445,00
18	7,86	8,31	8,53	8,54	8,29	7,83	7,11	517,00	439,00
19	7,84	8,35	8,64	8,58	8,29	7,85	7,11	248,00	179,00
20	7,83	8,35	8,68	8,63	8,30	7,84	7,01	266,00	190,00
21	8,01	8,14	8,62	8,50	8,35	8,11	7,32	456,00	390,00
22	8,06	8,38	8,60	8,53	8,46	8,20	7,41	858,00	779,00
23	7,92	8,19	8,82	8,57	8,41	8,10	7,33	258,00	139,00
24	7,88	7,92	8,63	8,50	8,41	8,03	7,38	550,00	464,00
25	7,79	8,03	8,59	8,51	8,29	7,86	7,13	607,00	455,00
26	8,04	8,23	8,83	8,67	8,37	7,93	7,20	444,00	390,00
27	7,87	8,14	8,60	8,52	8,29	7,80	7,11	546,00	400,00
28	7,91	8,23	8,64	8,59	8,34	7,89	7,15	521,00	420,00
29	7,89	8,14	8,70	8,56	8,35	7,98	7,26	554,00	451,00
30	8,14	8,35	8,93	8,72	8,41	8,04	7,30	275,00	190,00
31	7,45	8,02	8,61	8,35	8,08	7,76	7,03	158,00	124,00
32	7,23	7,64	8,40	8,14	7,92	7,62	6,79	228,00	125,00
33	7,78	7,94	8,56	8,38	8,16	7,78	7,05	378,00	298,00
34	7,84	8,01	8,58	8,45	8,24	7,83	7,08	473,00	351,00
35	7,89	8,07	8,53	8,45	8,24	7,87	7,16	423,00	321,00
36	7,90	8,20	8,77	8,57	8,29	7,94	7,24	396,00	208,00
37	7,83	8,04	8,50	8,32	8,28	7,86	7,16	910,00	803,00
38	7,77	8,00	8,44	8,31	8,26	7,81	7,13	1071,00	970,00
39	7,32	7,68	8,27	8,12	7,84	7,65	6,78	224,00	195,00
40	7,48	7,85	8,32	8,18	7,92	7,67	6,78	221,00	220,00
41	7,80	8,21	8,64	8,42	8,15	7,84	7,13	344,00	254,00
42	7,87	8,26	8,67	8,39	8,22	7,88	7,16	432,00	294,00
43	7,90	8,12	8,59	8,34	8,19	7,83	7,13	559,00	467,00
44	7,94	8,17	8,65	8,49	8,26	7,84	7,12	563,00	500,00
45	7,82	8,03	8,41	8,20	8,21	7,81	7,07	1016,00	827,00
46	7,91	8,11	8,58	8,36	8,26	7,81	7,08	756,00	630,00
47	7,99	8,14	8,59	8,34	8,24	7,79	7,12	528,00	387,00
48	8,14	8,29	8,68	8,52	8,33	7,87	7,13	517,00	435,00
49	7,99	8,10	8,48	8,33	8,15	7,91	7,24	399,00	387,00
50	7,90	8,04	8,53	8,26	8,19	7,91	7,12	495,00	434,00
51	7,82	7,94	8,44	8,16	8,16	7,92	7,15	727,00	635,00
52	7,89	8,09	8,59	8,31	8,27	7,99	7,21	808,00	528,00
53	8,00	8,16	8,59	8,34	8,10	7,89	7,33	164,00	145,00
54	7,89	7,99	8,50	8,26	8,04	7,81	7,00	157,00	173,00
55	7,80	8,23	8,66	8,49	8,16	7,91	6,90	369,00	311,00
56	7,89	8,20	8,59	8,49	8,24	7,87	7,06	551,00	475,00
57	7,88	8,05	8,40	8,23	8,18	8,05	7,18	625,00	624,00
58	7,97	8,24	8,62	8,37	8,25	8,02	7,21	503,00	362,00
59	8,02	8,40	8,69	8,47	8,26	7,84	7,28	332,00	257,00
60	7,84	8,23	8,52	8,44	8,22	7,80	7,11	633,00	439,00
61	7,93	8,39	8,60	8,47	8,31	7,86	6,93	565,00	343,00
62	7,89	8,25	8,53	8,41	8,22	7,86	7,09	506,00	451,00
63	8,03	8,49	8,73	8,59	8,26	7,91	7,17	380,00	284,00
64	8,13	8,49	8,76	8,66	8,27	7,95	7,24	344,00	275,00
65	7,89	8,33	8,65	8,49	8,27	7,86	7,27	639,00	559,00
66	7,95	8,32	8,65	8,52	8,26	7,84	7,20	602,00	514,00
67	7,85	8,17	8,57	8,37	8,16	7,89	7,22	703,00	542,00
68	7,84	8,12	8,46	8,24	8,25	7,91	7,17	964,00	722,00
Min.	6,74	7,15	7,91	7,79	7,49	6,82	6,20	147	116
Max.	8,14	8,54	8,93	8,87	8,54	8,20	7,41	1071	970
sd	0,21	0,23	0,16	0,20	0,16	0,17	0,17	215	186

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	EC _{1:2,5}	EC _{1:5}	CaCO _{3s}	CaCO _{3s-ref}	CaCO _{3tit}	CaCO _{3aktif}	TOC _{dumas}	TOC _{wb-tit}	TOC _{wb-spek}
1	319,00	213,00	1,43	1,45	1,87	0,75	1,98	2,11	2,00
2	202,00	142,00	1,69	1,72	2,00	0,75	0,72	0,81	0,70
3	181,00	128,00	1,69	1,78	2,00	0,78	,80	1,12	0,84
4	211,00	144,00	2,04	2,11	3,00	1,12	0,63	0,90	0,66
5	134,00	104,00	1,36	1,46	1,62	1,12	2,38	2,69	2,42
6	147,00	113,00	1,96	2,08	2,62	1,08	1,58	1,57	1,56
7	89,00	76,00	,91	,98	1,12	0,37	1,05	1,12	1,08
8	86,00	70,00	,91	,97	1,12	0,18	0,70	0,67	0,61
9	167,00	127,00	2,56	2,66	2,12	1,81	1,72	1,57	1,75
10	148,00	111,00	2,56	2,60	2,87	1,31	0,75	0,90	0,72
11	121,00	96,00	14,62	14,68	14,87	6,88	1,36	1,57	1,44
12	142,00	107,00	17,64	17,88	16,87	6,31	1,01	1,17	1,06
13	186,00	148,00	1,05	1,15	1,12	0,06	2,89	3,36	2,88
14	384,00	224,00	,89	0,96	1,25	0,06	2,09	2,02	2,02
15	198,00	145,00	19,15	20,01	15,37	11,82	2,44	2,69	2,54
16	192,00	142,00	18,32	19,12	16,62	10,94	1,55	1,79	1,60
17	248,00	161,00	1,43	1,55	2,12	1,18	3,27	3,36	3,30
18	242,00	176,00	1,73	1,81	2,50	1,62	2,89	3,14	2,93
19	117,00	90,00	1,35	1,40	1,62	0,18	1,65	2,02	1,72
20	120,00	82,00	,90	0,96	1,00	0,37	0,79	1,12	0,85
21	259,00	199,00	3,05	3,09	3,17	1,31	1,96	2,02	1,99
22	537,00	365,00	3,04	3,11	3,25	2,25	0,81	0,96	0,88
23	140,00	104,00	1,33	1,35	1,37	1,31	1,11	1,12	1,03
24	341,00	219,00	2,94	2,99	2,62	1,87	0,75	0,67	0,79
25	255,00	232,00	5,98	6,12	6,37	4,00	3,67	3,81	3,75
26	214,00	163,00	6,03	6,11	6,37	4,44	1,75	2,05	1,86
27	232,00	169,00	7,46	7,50	7,37	5,94	3,81	4,03	3,83
28	238,00	173,00	3,84	3,87	4,50	2,75	2,85	2,91	2,92
29	284,00	189,00	4,97	4,99	5,12	2,25	1,45	1,79	1,56
30	152,00	114,00	4,52	4,68	4,87	1,87	0,71	0,67	0,77
31	91,00	67,00	1,13	1,16	0,75	0,37	0,80	0,90	0,91
32	92,00	64,00	1,13	1,18	0,75	0,31	,51	0,67	0,54
33	160,00	117,00	5,95	6,00	6,15	2,56	2,54	2,46	2,40
34	173,00	131,00	5,88	5,91	7,62	3,25	1,99	1,79	1,91
35	189,00	142,00	7,46	7,51	7,87	3,75	2,55	2,69	2,76
36	148,00	109,00	6,78	6,80	7,50	3,12	0,65	0,70	0,71
37	406,00	274,00	2,97	3,01	2,37	4,69	2,44	2,47	2,54
38	499,00	291,00	5,65	5,70	6,00	6,50	1,68	1,57	1,74
39	127,00	99,00	1,05	1,12	0,87	0,71	1,69	1,57	1,58
40	143,00	106,00	1,20	1,22	1,00	0,50	0,84	0,90	0,94
41	154,00	116,00	9,15	9,25	8,25	4,06	2,11	2,24	2,13
42	167,00	120,00	10,33	10,65	9,14	5,50	1,60	1,34	1,53
43	243,00	169,00	6,33	6,39	6,62	4,81	3,74	3,81	3,86
44	254,00	174,00	6,45	6,50	7,00	5,62	3,24	3,14	3,31
45	419,00	254,00	8,36	8,40	8,87	6,81	4,10	4,03	4,12
46	306,00	205,00	8,59	8,62	8,62	7,19	2,59	2,69	2,69
47	201,00	148,00	11,46	11,55	10,12	9,06	3,39	3,36	3,56
48	218,00	156,00	13,87	13,91	11,62	10,69	2,19	1,99	2,28
49	234,00	170,00	4,44	4,50	5,00	2,62	3,40	3,36	3,57
50	294,00	204,00	4,25	4,29	4,62	1,75	2,21	2,24	2,37
51	552,00	363,00	4,07	4,12	4,37	1,81	1,84	2,02	2,01
52	530,00	323,00	4,22	4,30	4,37	1,37	0,60	0,45	0,59
53	110,00	87,00	1,20	1,25	1,00	0,18	1,69	1,79	1,89
54	114,00	92,00	1,20	1,22	1,00	0,93	1,76	1,57	1,85
55	179,00	127,00	1,65	1,67	1,75	0,93	2,01	2,02	1,93
56	283,00	197,00	1,95	2,01	2,12	1,06	1,12	1,12	1,20
57	471,00	294,00	3,05	3,12	3,25	0,12	2,06	1,99	2,12
58	278,00	186,00	2,65	2,71	2,75	0,81	0,80	1,12	0,96
59	140,00	105,00	2,86	2,90	3,12	0,75	2,03	2,02	2,13
60	217,00	148,00	3,09	3,12	3,62	3,06	0,81	0,90	0,98
61	166,00	117,00	8,12	8,16	7,87	5,06	2,84	2,69	2,91
62	238,00	156,00	6,71	6,87	7,12	4,62	2,41	2,32	2,52
63	146,00	116,00	4,90	4,96	4,84	3,00	0,60	0,67	0,69
64	135,00	115,00	3,84	3,88	4,50	2,50	0,34	0,30	0,37
65	267,00	183,00	7,69	7,75	8,12	5,50	1,75	2,09	1,84
66	241,00	162,00	8,06	8,14	8,75	4,94	1,03	1,12	1,10
67	275,00	188,00	5,65	5,71	6,75	3,12	3,03	3,14	3,12
68	409,00	304,00	7,69	7,75	8,62	5,19	2,23	2,46	2,30
Min.	86	64	0,89	0,96	0,75	0,06	0,34	0,30	0,37
Max.	552	365	19,15	20,01	16,87	11,82	4,10	4,03	4,12
sd	113	69	4,30	4,39	3,92	2,80	0,95	0,95	0,96

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	TOC _y	TOC _{kj}	TOC _{humus}	T _{b-kil}	T _{p-kil}	T _{b-mil}	T _{p-mil}	T _{b-kum}	T _{p-kum}
1	0,97	0,58	0,46	12,04	12,56	31,72	31,68	56,24	55,76
2	1,12	0,42	0,33	10,04	11,02	35,72	35,75	54,24	53,23
3	1,71	0,42	0,35	16,04	16,32	25,72	25,88	58,24	57,80
4	1,53	0,39	0,33	15,04	15,26	22,72	22,45	62,24	62,29
5	1,65	0,78	0,61	9,04	10,02	26,72	26,84	64,24	63,14
6	1,53	0,55	0,50	9,04	9,56	23,72	23,44	67,24	67,00
7	0,88	0,49	0,38	7,04	7,56	13,72	13,87	79,24	78,57
8	0,74	0,36	0,33	7,04	7,99	10,72	10,99	82,24	81,02
9	1,57	0,75	0,47	10,04	11,02	41,72	40,99	48,24	47,99
10	1,17	0,45	0,35	9,04	9,36	25,72	25,82	65,24	64,82
11	1,45	0,55	0,49	8,04	9,20	19,72	20,99	72,24	69,81
12	1,13	0,45	0,36	7,04	7,56	15,72	15,96	77,24	76,48
13	1,90	1,14	0,88	10,04	10,49	37,72	36,56	52,24	52,95
14	1,91	1,14	0,80	13,04	13,99	40,72	39,21	46,24	46,80
15	2,02	0,78	0,77	15,04	15,89	24,72	25,15	60,24	58,96
16	1,67	0,55	0,61	18,68	19,56	23,76	22,54	57,56	57,90
17	2,88	1,17	0,98	28,68	29,12	34,36	35,01	36,96	35,87
18	2,97	1,14	1,07	30,68	31,02	35,36	34,11	33,96	34,87
19	1,40	0,78	0,57	9,68	10,06	27,76	28,32	62,56	61,62
20	1,11	0,42	0,44	8,68	8,99	24,36	25,15	66,96	65,86
21	1,35	0,68	0,59	10,68	10,79	52,36	51,78	36,96	37,43
22	0,93	0,55	0,57	7,68	7,95	54,36	55,69	38,56	36,36
23	1,00	0,55	0,56	7,68	7,86	16,36	17,21	75,96	74,93
24	1,03	0,49	0,47	12,88	13,25	22,16	23,45	64,96	63,30
25	3,61	1,36	0,88	27,68	28,02	41,36	40,21	30,96	31,77
26	2,28	0,71	0,56	20,68	20,96	34,76	34,69	44,56	44,35
27	2,74	1,10	0,73	18,68	19,03	20,36	21,87	60,96	59,10
28	2,48	0,88	0,65	20,68	20,94	28,36	29,36	50,96	49,70
29	1,46	0,58	0,56	12,68	12,87	62,36	63,11	24,96	24,02
30	1,16	0,32	0,44	7,28	7,97	29,76	28,49	62,96	63,54
31	1,06	0,42	0,42	10,04	10,56	10,44	9,87	79,52	79,57
32	1,11	0,39	0,40	11,04	11,46	6,44	5,98	82,52	82,56
33	3,47	0,88	0,67	21,44	21,89	18,04	19,20	60,52	58,91
34	3,64	0,81	0,91	23,04	23,99	19,44	20,36	57,52	55,65
35	2,99	0,97	0,86	20,04	20,75	21,44	22,45	58,52	56,80
36	1,94	0,68	0,47	18,04	18,63	18,44	19,58	63,52	61,79
37	3,92	1,10	0,78	32,04	32,78	30,44	31,55	37,52	35,67
38	4,15	0,88	0,48	35,04	35,45	27,44	26,01	37,52	38,54
39	1,39	0,84	0,71	10,04	10,14	27,44	28,56	62,52	61,30
40	1,20	0,49	0,54	11,04	11,75	24,44	23,22	64,52	65,03
41	1,70	0,68	0,69	13,04	13,45	29,44	28,12	57,52	58,43
42	1,64	0,55	0,53	16,04	16,63	32,44	31,25	51,52	52,12
43	3,97	1,40	0,90	29,04	29,96	36,44	35,21	34,52	34,83
44	4,31	1,20	0,70	29,04	29,87	37,44	36,45	33,52	33,68
45	4,77	1,43	1,19	39,04	39,66	35,44	36,45	25,52	23,89
46	4,51	0,91	0,77	27,04	27,88	52,36	51,63	20,60	20,49
47	3,26	1,46	0,84	17,04	17,45	56,36	57,15	26,60	25,40
48	2,67	1,14	0,73	33,04	33,45	40,36	41,23	26,60	25,32
49	2,63	1,27	0,89	18,04	18,36	49,36	48,33	32,60	33,31
50	1,97	0,78	0,54	14,44	14,99	44,36	44,32	41,20	40,69
51	1,92	0,71	0,54	11,04	11,78	33,36	34,21	55,60	54,01
52	1,01	0,36	0,27	7,04	7,69	20,96	19,18	72,00	73,13
53	1,41	0,71	0,59	9,24	9,85	31,76	30,21	59,00	59,94
54	1,40	0,68	0,52	9,44	10,01	29,96	30,45	60,60	59,54
55	1,82	0,55	0,42	13,44	13,66	30,96	29,45	55,60	56,89
56	1,65	0,42	0,38	11,04	11,78	30,76	29,41	58,20	58,81
57	1,58	0,75	0,54	12,04	12,44	36,36	35,36	51,60	52,20
58	1,10	0,42	0,32	7,24	7,88	31,16	30,23	61,60	61,89
59	2,82	0,68	0,55	13,04	13,54	22,76	21,56	64,20	64,90
60	2,55	0,42	0,49	11,44	11,89	24,96	25,69	63,60	62,42
61	3,04	0,68	0,62	27,20	27,66	41,44	42,12	31,36	30,22
62	3,12	0,71	0,57	26,20	26,77	38,44	39,47	35,36	33,76
63	2,06	0,36	0,21	19,20	19,89	29,44	28,63	51,36	51,48
64	1,69	0,36	0,19	13,20	13,57	47,44	46,85	39,36	39,58
65	3,92	0,78	0,59	34,20	34,82	15,44	14,55	50,36	50,63
66	2,88	0,49	0,41	32,20	32,64	10,44	9,98	57,36	57,38
67	2,88	1,17	0,56	19,20	19,63	40,44	41,42	40,36	38,95
68	3,01	0,88	0,49	19,20	19,71	50,44	49,12	30,36	31,17
Min.	0,74	0,32	0,19	7,04	7,56	6,44	5,98	20,60	20,49
Max.	4,77	1,46	1,19	39,04	39,66	62,36	63,11	82,52	82,56
sd	1,03	0,30	0,20	8,50	8,50	11,90	11,85	15,58	15,54

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	TN _{dumas}	TN _{kj}	TN _{wb-tit}	TOC _{wb-spek}	TOC _y	TOC _{humus}	NO ₃ - N _{KCl}	NO ₃ - N _{Na+C} aCl2	NO ₃ - N _{KAl(SO4)} 2
1	0,05	0,05	0,18	0,17	0,08	0,04	5,79	5,91	3,46
2	0,04	0,04	0,07	0,06	0,1	0,03	6,04	6,16	3,60
3	0,04	0,04	0,1	0,07	0,15	0,03	5,54	5,65	3,31
4	0,04	0,03	0,08	0,06	0,13	0,03	5,46	5,57	3,26
5	0,07	0,07	0,23	0,21	0,14	0,05	5,95	6,07	3,55
6	0,05	0,05	0,14	0,14	0,13	0,04	6,16	6,29	3,68
7	0,05	0,04	0,1	0,09	0,08	0,03	5,66	5,77	3,38
8	0,04	0,03	0,06	0,05	0,06	0,03	5,69	5,80	3,39
9	0,07	0,06	0,14	0,15	0,14	0,04	5,97	6,09	3,56
10	0,05	0,04	0,08	0,06	0,1	0,03	6,14	6,25	3,66
11	0,06	0,05	0,14	0,12	0,13	0,04	5,49	5,60	3,28
12	0,05	0,04	0,1	0,09	0,1	0,03	5,65	5,77	3,38
13	0,11	0,1	0,29	0,25	0,16	0,08	8,40	8,56	5,01
14	0,11	0,1	0,17	0,17	0,16	0,07	8,64	8,82	5,16
15	0,08	0,07	0,23	0,22	0,17	0,07	7,55	7,70	4,51
16	0,06	0,05	0,15	0,14	0,14	0,05	7,82	7,98	4,67
17	0,12	0,1	0,29	0,28	0,25	0,08	8,65	8,82	5,17
18	0,11	0,1	0,27	0,25	0,26	0,09	8,97	9,15	5,36
19	0,08	0,07	0,17	0,15	0,12	0,05	7,36	7,52	4,40
20	0,05	0,04	0,1	0,07	0,1	0,04	7,52	7,68	4,49
21	0,07	0,06	0,17	0,17	0,12	0,05	5,51	5,63	3,29
22	0,06	0,05	0,08	0,08	0,08	0,05	5,81	5,94	3,47
23	0,06	0,05	0,1	0,09	0,09	0,05	5,48	5,59	3,27
24	0,05	0,04	0,06	0,07	0,09	0,04	5,64	5,76	3,37
25	0,13	0,12	0,33	0,32	0,31	0,08	8,74	8,92	5,21
26	0,07	0,06	0,18	0,16	0,2	0,05	8,95	9,13	5,34
27	0,1	0,1	0,35	0,33	0,24	0,06	7,58	7,74	4,52
28	0,09	0,08	0,25	0,25	0,21	0,06	7,86	8,02	4,69
29	0,06	0,05	0,15	0,14	0,13	0,05	5,74	5,86	3,43
30	0,03	0,03	0,06	0,07	0,1	0,04	5,96	6,09	3,56
31	0,05	0,04	0,08	0,08	0,09	0,04	5,01	5,10	2,99
32	0,04	0,03	0,06	0,05	0,1	0,04	5,26	5,35	3,14
33	0,09	0,08	0,21	0,21	0,3	0,06	6,45	6,56	3,84
34	0,08	0,07	0,15	0,16	0,31	0,08	6,72	6,84	4,01
35	0,09	0,08	0,23	0,24	0,26	0,07	6,56	6,67	3,91
36	0,07	0,06	0,06	0,06	0,17	0,04	6,72	6,84	4,01
37	0,1	0,1	0,21	0,22	0,34	0,07	7,58	7,71	4,52
38	0,09	0,08	0,14	0,15	0,36	0,04	8,08	8,22	4,82
39	0,08	0,07	0,14	0,14	0,12	0,06	6,63	6,75	3,95
40	0,06	0,04	0,08	0,08	0,1	0,05	7,06	7,18	4,21
41	0,07	0,06	0,19	0,18	0,15	0,06	5,82	5,93	3,47
42	0,06	0,05	0,12	0,13	0,14	0,05	5,97	6,10	3,57
43	0,13	0,12	0,33	0,33	0,34	0,08	8,10	8,26	4,83
44	0,12	0,1	0,27	0,29	0,37	0,06	8,24	8,41	4,92
45	0,14	0,12	0,35	0,36	0,41	0,1	7,87	8,03	4,70
46	0,09	0,08	0,23	0,23	0,39	0,07	7,94	8,11	4,74
47	0,14	0,13	0,29	0,31	0,28	0,07	7,62	7,78	4,55
48	0,11	0,1	0,17	0,2	0,23	0,06	7,94	8,11	4,74
49	0,12	0,11	0,29	0,31	0,23	0,08	7,51	7,67	4,49
50	0,08	0,07	0,19	0,21	0,17	0,05	7,76	7,92	4,63
51	0,07	0,06	0,17	0,17	0,17	0,05	5,78	5,90	3,45
52	0,04	0,03	0,04	0,05	0,09	0,02	5,96	6,08	3,56
53	0,07	0,06	0,15	0,16	0,12	0,05	5,76	5,88	3,44
54	0,07	0,06	0,14	0,16	0,12	0,05	6,07	6,20	3,62
55	0,05	0,05	0,17	0,17	0,16	0,04	5,56	5,68	3,32
56	0,05	0,04	0,1	0,1	0,14	0,03	5,94	6,06	3,54
57	0,08	0,06	0,17	0,18	0,14	0,05	6,68	6,82	3,99
58	0,05	0,04	0,1	0,08	0,1	0,03	7,23	7,38	4,32
59	0,07	0,06	0,17	0,18	0,24	0,05	5,46	5,58	3,26
60	0,04	0,04	0,08	0,09	0,22	0,04	6,38	6,53	3,82
61	0,07	0,06	0,23	0,25	0,26	0,05	6,48	6,62	3,87
62	0,07	0,06	0,2	0,22	0,27	0,05	6,73	6,88	4,02
63	0,05	0,03	0,06	0,06	0,18	0,02	4,82	4,92	2,88
64	0,05	0,03	0,03	0,03	0,15	0,02	5,04	5,15	3,01
65	0,08	0,07	0,18	0,16	0,34	0,05	6,70	6,84	4,00
66	0,05	0,04	0,10	0,10	0,25	0,04	7,12	7,27	4,25
67	0,12	0,10	0,27	0,27	0,25	0,05	7,91	8,07	4,72
68	0,09	0,08	0,21	0,20	0,26	0,04	8,11	8,28	4,84
Min.	0,032	0,028	0,026	0,032	0,064	0,017	4,82	4,92	2,88
Max.	0,139	0,126	0,348	0,355	0,411	0,103	8,97	9,15	5,36
sd	0,027	0,026	0,083	0,084	0,089	0,018	1,11	1,13	0,66

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	KCl- NO ₃ / _{med}	KCl/NO ₃ Na sa	KCl/NO ₃ Zn 210	Na+CaCl ₂ /N O _{3med}	Na+CaCl ₂ /NO ₃ Nasa	Na+CaCl ₂ /NO ₃ Zn210
1	5,78	5,80	5,79	5,90	5,92	5,91
2	6,04	6,03	6,04	6,16	6,15	6,16
3	5,56	5,52	5,54	5,67	5,63	5,65
4	5,46	5,46	5,46	5,57	5,57	5,57
5	5,96	5,95	5,95	6,08	6,07	6,07
6	6,14	6,19	6,16	6,26	6,31	6,29
7	5,65	5,66	5,66	5,77	5,77	5,77
8	5,69	5,69	5,69	5,80	5,80	5,80
9	5,96	5,98	5,97	6,08	6,09	6,09
10	6,14	6,13	6,14	6,25	6,26	6,25
11	5,50	5,48	5,49	5,60	5,60	5,60
12	5,65	5,65	5,65	5,76	5,78	5,77
13	8,40	8,39	8,40	8,55	8,58	8,56
14	8,64	8,64	8,64	8,80	8,83	8,82
15	7,57	7,52	7,55	7,70	7,69	7,70
16	7,82	7,83	7,82	7,96	8,00	7,98
17	8,62	8,68	8,65	8,78	8,87	8,82
18	8,97	8,96	8,97	9,13	9,16	9,15
19	7,37	7,36	7,36	7,53	7,52	7,52
20	7,50	7,54	7,52	7,67	7,70	7,68
21	5,50	5,51	5,51	5,63	5,63	5,63
22	5,81	5,81	5,81	5,93	5,94	5,94
23	5,46	5,51	5,48	5,58	5,61	5,59
24	5,65	5,63	5,64	5,78	5,74	5,76
25	8,72	8,76	8,74	8,91	8,92	8,92
26	8,97	8,93	8,95	9,17	9,09	9,13
27	7,55	7,61	7,58	7,72	7,76	7,74
28	7,82	7,89	7,86	7,99	8,04	8,02
29	5,71	5,78	5,74	5,84	5,89	5,86
30	5,96	5,97	5,96	6,09	6,08	6,09
31	5,01	5,00	5,01	5,10	5,10	5,10
32	5,24	5,28	5,26	5,33	5,38	5,35
33	6,44	6,45	6,45	6,55	6,57	6,56
34	6,71	6,74	6,72	6,82	6,86	6,84
35	6,55	6,56	6,56	6,67	6,68	6,67
36	6,71	6,73	6,72	6,82	6,85	6,84
37	7,57	7,58	7,58	7,70	7,72	7,71
38	8,07	8,09	8,08	8,21	8,24	8,22
39	6,64	6,63	6,63	6,75	6,75	6,75
40	7,07	7,04	7,06	7,19	7,17	7,18
41	5,80	5,84	5,82	5,91	5,94	5,93
42	5,96	5,99	5,97	6,08	6,12	6,10
43	8,07	8,12	8,10	8,24	8,29	8,26
44	8,27	8,22	8,24	8,43	8,39	8,41
45	7,82	7,92	7,87	7,98	8,09	8,03
46	7,95	7,94	7,94	8,10	8,11	8,11
47	7,60	7,65	7,62	7,75	7,81	7,78
48	7,95	7,94	7,94	8,10	8,11	8,11
49	7,53	7,50	7,51	7,68	7,66	7,67
50	7,76	7,75	7,76	7,92	7,91	7,92
51	5,76	5,80	5,78	5,88	5,92	5,90
52	5,96	5,97	5,96	6,08	6,09	6,08
53	5,77	5,75	5,76	5,89	5,86	5,88
54	6,08	6,06	6,07	6,21	6,18	6,20
55	5,56	5,56	5,56	5,68	5,67	5,68
56	5,96	5,92	5,94	6,09	6,03	6,06
57	6,66	6,69	6,68	6,81	6,83	6,82
58	7,23	7,24	7,23	7,39	7,38	7,38
59	5,45	5,47	5,46	5,57	5,58	5,58
60	5,88	6,89	6,38	6,01	7,05	6,53
61	6,46	6,49	6,48	6,59	6,64	6,62
62	6,71	6,76	6,73	6,84	6,91	6,88
63	4,78	4,86	4,82	4,88	4,97	4,92
64	5,02	5,07	5,04	5,12	5,18	5,15
65	6,70	6,71	6,70	6,83	6,85	6,84
66	7,12	7,13	7,12	7,26	7,28	7,27
67	7,90	7,92	7,91	8,06	8,08	8,07
68	8,12	8,11	8,11	8,28	8,28	8,28
Min.	4,78	4,86	4,82	4,88	4,97	4,92
Max.	8,97	8,96	8,97	9,17	9,16	9,15
sd	1,11	1,12	1,10	1,14	1,13	1,13

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	KAl(SO ₄) ₂ - NO ₃ /med	KAl(SO ₄) ₂ /N O ₃ Nasa	KAl(SO ₄) ₂ /N O ₃ Zn210	KCl-NH ₄	KCl/ NH ₄	KCl/ NH ₄
1	3,43	3,51	3,43	7,17	7,17	6,11
2	3,58	3,65	3,58	5,64	5,65	4,81
3	3,29	3,34	3,28	6,37	6,38	5,43
4	3,24	3,30	3,24	5,63	5,64	4,80
5	3,53	3,60	3,53	8,09	8,09	6,89
6	3,64	3,74	3,65	7,17	7,18	6,11
7	3,35	3,42	3,35	6,75	6,77	5,75
8	3,37	3,44	3,37	5,60	5,60	4,77
9	3,53	3,61	3,54	8,14	8,15	6,94
10	3,64	3,71	3,64	7,52	7,53	6,49
11	3,26	3,32	3,26	8,41	8,42	7,25
12	3,35	3,43	3,35	7,20	7,20	6,21
13	4,98	5,09	4,98	11,29	11,29	9,73
14	5,12	5,24	5,12	9,86	9,89	8,51
15	4,49	4,56	4,47	8,16	8,23	6,89
16	4,64	4,74	4,64	7,83	7,71	6,57
17	5,11	5,26	5,13	11,75	11,67	9,88
18	5,32	5,43	5,32	9,51	9,53	8,01
19	4,37	4,46	4,36	8,57	8,58	7,22
20	4,45	4,57	4,46	7,19	7,21	6,06
21	3,26	3,34	3,27	7,58	7,59	6,38
22	3,44	3,52	3,44	6,74	6,74	5,74
23	3,24	3,33	3,25	7,28	7,29	6,20
24	3,35	3,40	3,35	6,41	6,42	5,47
25	5,17	5,29	5,18	11,53	11,57	9,84
26	5,32	5,39	5,31	9,64	9,65	8,22
27	4,48	4,60	4,50	10,28	10,32	8,77
28	4,64	4,77	4,66	8,79	8,81	7,49
29	3,39	3,49	3,40	7,61	7,60	6,48
30	3,53	3,61	3,54	6,42	6,42	5,60
31	2,97	3,02	2,97	5,63	5,63	4,91
32	3,11	3,19	3,12	4,98	4,98	4,34
33	3,82	3,89	3,82	9,19	9,22	8,02
34	3,98	4,07	3,99	8,59	8,61	7,50
35	3,89	3,96	3,89	9,34	9,35	8,15
36	3,98	4,06	3,98	8,60	8,60	7,50
37	4,49	4,57	4,49	10,55	10,52	9,19
38	4,78	4,88	4,79	8,75	8,79	7,46
39	3,93	4,00	3,93	8,84	8,84	7,53
40	4,19	4,25	4,18	7,94	7,95	6,77
41	3,44	3,52	3,45	7,38	7,38	6,29
42	3,53	3,63	3,54	6,52	6,53	5,56
43	4,79	4,92	4,80	11,15	11,14	9,50
44	4,90	4,97	4,89	9,20	9,20	7,84
45	4,64	4,79	4,67	11,17	11,21	9,75
46	4,71	4,81	4,71	8,83	8,82	7,70
47	4,51	4,63	4,52	11,62	11,61	10,02
48	4,71	4,81	4,71	9,48	9,50	8,18
49	4,46	4,54	4,46	10,50	10,49	9,05
50	4,60	4,69	4,60	8,74	8,77	7,54
51	3,41	3,51	3,43	7,23	7,25	6,24
52	3,53	3,61	3,53	6,41	6,42	5,53
53	3,42	3,48	3,41	7,97	7,97	6,71
54	3,60	3,67	3,60	6,59	6,59	5,55
55	3,30	3,36	3,30	6,35	6,36	5,35
56	3,53	3,58	3,52	4,93	4,94	4,15
57	3,95	4,05	3,96	7,83	7,82	6,59
58	4,29	4,38	4,29	6,54	6,54	5,50
59	3,23	3,31	3,24	7,40	7,40	6,23
60	3,49	4,18	3,79	6,50	6,50	5,61
61	3,83	3,94	3,84	8,09	8,08	6,97
62	3,98	4,10	3,99	7,48	7,50	6,46
63	2,83	2,95	2,86	5,64	5,66	4,87
64	2,98	3,07	2,99	5,65	5,65	4,87
65	3,97	4,06	3,97	7,58	7,57	6,54
66	4,22	4,31	4,22	6,49	6,52	5,60
67	4,69	4,79	4,69	10,63	10,66	9,17
68	4,81	4,91	4,81	8,85	8,85	7,63
Min.	2,83	2,95	2,86	4,93	4,94	4,15
Max.	5,32	5,43	5,32	11,75	11,67	10,02
sd	0,66	0,67	0,66	1,73	1,73	1,50

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	KCl/NH _{4sa}	KCl/NH _{4-fh}	KCl/NH _{4b}	KAl(SO ₄) ₂ /N H _{4sa}	KAl(SO ₄) ₂ /N H _{4-fh}	KAl(SO ₄) ₂ /N H _{4b}
1	7,14	7,19	7,17	7,13	7,20	7,16
2	5,66	5,62	5,64	5,61	5,67	5,67
3	6,38	6,35	6,37	6,33	6,40	6,40
4	5,64	5,62	5,63	5,60	5,66	5,66
5	8,07	8,10	8,09	8,05	8,13	8,10
6	7,18	7,16	7,17	7,13	7,20	7,20
7	6,78	6,72	6,75	6,72	6,78	6,80
8	5,59	5,60	5,60	5,57	5,62	5,61
9	8,15	8,12	8,14	8,10	8,18	8,18
10	7,52	7,53	7,52	7,49	7,56	7,54
11	8,40	8,42	8,41	8,37	8,45	8,43
12	7,18	7,22	7,20	7,16	7,23	7,20
13	11,26	11,31	11,29	11,23	11,34	11,30
14	9,90	9,82	9,86	9,81	9,91	9,93
15	8,33	8,00	8,16	8,12	8,21	8,35
16	7,45	8,22	7,83	7,79	7,87	7,47
17	11,50	12,00	11,75	11,69	11,81	11,53
18	9,56	9,45	9,51	9,46	9,55	9,59
19	8,58	8,56	8,57	8,53	8,61	8,60
20	7,21	7,18	7,19	7,16	7,23	7,23
21	7,61	7,55	7,58	7,54	7,62	7,63
22	6,73	6,75	6,74	6,71	6,77	6,75
23	7,30	7,25	7,28	7,24	7,31	7,32
24	6,43	6,40	6,41	6,38	6,45	6,45
25	11,61	11,46	11,53	11,48	11,59	11,64
26	9,63	9,65	9,64	9,59	9,69	9,66
27	10,37	10,19	10,28	10,23	10,33	10,40
28	8,82	8,75	8,79	8,74	8,83	8,85
29	7,56	7,66	7,61	7,57	7,65	7,58
30	6,40	6,43	6,42	6,38	6,45	6,42
31	5,62	5,65	5,63	5,61	5,66	5,63
32	4,96	5,00	4,98	4,95	5,00	4,97
33	9,25	9,12	9,19	9,14	9,23	9,28
34	8,63	8,55	8,59	8,55	8,63	8,66
35	9,36	9,32	9,34	9,29	9,38	9,38
36	8,59	8,60	8,60	8,55	8,64	8,62
37	10,45	10,65	10,55	10,50	10,60	10,48
38	8,85	8,65	8,75	8,70	8,79	8,87
39	8,82	8,85	8,84	8,79	8,88	8,85
40	7,96	7,91	7,94	7,90	7,98	7,99
41	7,36	7,41	7,38	7,35	7,42	7,38
42	6,54	6,50	6,52	6,49	6,55	6,56
43	11,11	11,19	11,15	11,09	11,20	11,14
44	9,19	9,21	9,20	9,15	9,25	9,22
45	11,26	11,09	11,17	11,12	11,23	11,29
46	8,77	8,90	8,83	8,79	8,88	8,79
47	11,58	11,66	11,62	11,56	11,68	11,61
48	9,51	9,45	9,48	9,43	9,53	9,53
49	10,45	10,55	10,50	10,45	10,55	10,48
50	8,79	8,69	8,74	8,70	8,78	8,82
51	7,26	7,21	7,23	7,20	7,27	7,28
52	6,43	6,40	6,41	6,38	6,45	6,45
53	7,95	8,00	7,97	7,93	8,01	7,97
54	6,57	6,60	6,59	6,55	6,62	6,59
55	6,38	6,31	6,35	6,31	6,38	6,40
56	4,96	4,90	4,93	4,90	4,95	4,97
57	7,78	7,88	7,83	7,79	7,87	7,80
58	6,52	6,55	6,54	6,50	6,57	6,54
59	7,36	7,45	7,40	7,37	7,44	7,38
60	6,46	6,55	6,50	6,47	6,54	6,48
61	8,05	8,12	8,09	8,05	8,13	8,07
62	7,52	7,45	7,48	7,45	7,52	7,54
63	5,69	5,59	5,64	5,61	5,67	5,70
64	5,64	5,66	5,65	5,62	5,68	5,66
65	7,52	7,51	7,43	7,06	7,21	7,13
66	6,54	6,48	6,44	5,88	5,96	5,92
67	10,70	10,93	10,69	9,62	10,05	9,84
68	8,81	8,73	8,67	7,93	8,03	7,98
Min.	4,96	4,90	4,93	4,90	4,95	4,97
Max.	11,61	12,00	11,75	11,69	11,81	11,64
sd	1,73	1,74	1,73	1,72	1,74	1,73

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	Na+CaCl ₂ /N H _{4a}	Na+CaCl ₂ /N H _{4-fh}	Na+CaCl ₂ /N H _{4b}	KDK _{NH4-c}	KDK _{Na}	KDK _{Ba-1}
1	6,09	6,12	6,11	19,54	13,85	20,48
2	4,80	4,82	4,81	38,88	11,03	10,70
3	5,42	5,44	5,43	38,42	15,50	13,97
4	4,79	4,81	4,80	41,91	14,25	27,32
5	6,88	6,91	6,89	35,15	13,62	19,92
6	6,10	6,12	6,11	40,49	15,31	12,96
7	5,74	5,77	5,75	19,68	4,53	8,47
8	4,76	4,78	4,77	15,06	4,56	12,35
9	6,92	6,95	6,94	37,48	14,96	11,63
10	6,47	6,50	6,49	37,32	7,64	18,77
11	7,24	7,27	7,25	40,32	8,78	17,51
12	6,19	6,22	6,21	39,51	8,03	10,31
13	9,71	9,76	9,73	16,75	14,90	14,54
14	8,49	8,52	8,51	18,70	14,95	12,93
15	6,88	6,89	6,89	45,72	18,99	17,14
16	6,53	6,61	6,57	44,31	14,69	24,68
17	9,84	9,92	9,88	42,37	31,89	37,79
18	8,00	8,03	8,01	40,04	22,52	40,93
19	7,20	7,23	7,22	15,73	8,12	12,89
20	6,05	6,07	6,06	18,40	7,41	10,31
21	6,37	6,40	6,38	38,44	16,46	21,47
22	5,73	5,76	5,74	40,76	14,77	10,44
23	6,19	6,22	6,20	20,49	7,01	14,76
24	5,46	5,48	5,47	27,60	8,99	12,36
25	9,82	9,85	9,84	33,81	15,60	53,87
26	8,20	8,24	8,22	45,01	20,89	41,56
27	8,75	8,78	8,77	56,75	20,20	44,12
28	7,48	7,51	7,49	54,09	25,04	48,04
29	6,46	6,50	6,48	52,72	22,41	22,54
30	5,58	5,61	5,60	51,23	14,89	5,74
31	4,90	4,93	4,91	11,15	9,84	13,38
32	4,33	4,35	4,34	8,90	11,18	11,84
33	8,01	8,03	8,02	43,27	26,13	22,58
34	7,48	7,51	7,50	47,51	23,37	41,32
35	8,13	8,16	8,15	47,09	21,45	29,88
36	7,48	7,52	7,50	42,76	13,12	33,24
37	9,17	9,22	9,19	57,93	26,45	61,86
38	7,45	7,47	7,46	56,28	29,77	29,63
39	7,51	7,55	7,53	7,11	14,53	19,98
40	6,75	6,78	6,77	13,52	12,16	20,15
41	6,28	6,31	6,29	31,33	15,04	39,30
42	5,55	5,57	5,56	32,64	14,77	16,48
43	9,47	9,52	9,50	59,67	11,42	23,70
44	7,82	7,86	7,84	66,47	23,85	42,93
45	9,74	9,77	9,75	59,44	17,65	17,22
46	7,68	7,72	7,70	61,98	15,07	35,94
47	9,99	10,04	10,02	40,46	10,69	16,72
48	8,16	8,19	8,18	48,67	9,42	23,40
49	9,02	9,07	9,05	38,29	15,72	17,98
50	7,53	7,55	7,54	39,69	21,14	16,59
51	6,23	6,25	6,24	35,57	33,18	13,08
52	5,52	5,54	5,53	29,16	9,04	8,89
53	6,70	6,73	6,71	12,37	13,22	13,24
54	5,53	5,56	5,55	8,58	11,23	13,47
55	5,34	5,36	5,35	28,62	18,70	11,58
56	4,15	4,16	4,15	25,68	19,28	13,34
57	6,57	6,61	6,59	31,65	19,94	23,88
58	5,49	5,52	5,50	25,51	11,68	14,21
59	6,22	6,25	6,23	43,13	21,26	21,12
60	5,59	5,62	5,61	43,08	23,06	42,91
61	6,95	6,99	6,97	45,97	18,13	22,29
62	6,44	6,47	6,46	47,76	19,34	23,46
63	4,86	4,87	4,87	48,86	18,65	23,31
64	4,86	4,88	4,87	39,84	15,43	17,62
65	8,97	9,16	9,06	41,93	16,77	25,58
66	7,93	8,03	7,98	38,63	18,28	23,88
67	12,97	13,55	13,26	37,97	18,31	22,34
68	10,60	10,73	10,67	37,25	20,61	43,34
Min.	4,15	4,16	4,15	7,11	4,53	5,74
Max.	9,99	10,04	10,02	66,47	33,18	61,86
sd	1,49	1,50	1,50	14,16	6,16	12,20

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	KDK _{Ba-2}	KDK _{NH4OAc}	KDK _{Morgan}	KDK _{Meh-3}	KDK _{AAE10}
1	6,94	14,51	14,25	18,47	26,94
2	6,88	20,13	17,73	25,69	40,57
3	10,67	20,42	16,19	25,66	38,73
4	10,08	20,37	16,07	25,07	41,96
5	9,61	17,69	16,02	22,98	34,36
6	8,55	18,93	16,51	26,28	41,21
7	4,49	9,53	10,79	10,88	18,12
8	5,69	7,43	9,69	8,94	16,62
9	8,42	17,68	16,78	23,14	45,80
10	6,85	16,60	16,32	31,28	43,64
11	6,87	18,27	15,90	73,15	44,41
12	5,74	17,36	15,38	76,49	43,79
13	10,30	11,05	11,96	12,61	18,15
14	11,43	11,23	11,49	13,97	17,04
15	9,05	21,81	17,01	81,28	47,09
16	7,87	20,99	16,58	86,89	46,14
17	10,11	22,30	17,51	28,64	35,87
18	9,63	23,64	17,39	29,66	37,74
19	7,61	8,37	9,75	11,73	15,42
20	6,89	7,92	8,52	10,24	12,41
21	7,76	17,71	17,19	30,70	39,00
22	7,90	18,90	17,67	43,62	40,58
23	5,56	10,41	12,00	14,70	21,02
24	6,54	18,46	15,86	55,06	38,06
25	12,48	28,73	18,08	42,19	49,73
26	10,64	24,91	17,10	42,21	47,01
27	10,16	25,42	17,66	45,68	46,97
28	13,96	23,78	17,48	40,03	45,32
29	9,97	20,46	16,71	36,68	46,73
30	8,03	19,00	16,36	39,83	46,28
31	7,17	7,86	9,46	10,94	13,50
32	7,13	7,42	8,12	10,53	12,71
33	9,08	24,13	17,18	38,34	43,94
34	10,13	25,13	16,77	41,21	46,95
35	10,68	23,91	17,88	41,95	55,77
36	8,76	21,68	17,34	39,30	55,40
37	6,29	29,58	17,19	45,54	49,25
38	5,86	31,15	17,10	52,05	50,43
39	6,13	7,17	8,80	11,04	12,75
40	6,03	9,70	10,42	15,30	16,94
41	7,88	18,69	14,09	70,74	42,77
42	5,75	19,83	13,90	83,28	43,00
43	4,90	31,34	17,10	46,26	51,20
44	5,81	31,59	16,68	48,55	50,57
45	5,71	32,79	16,68	49,11	52,74
46	7,33	31,76	15,92	52,16	52,93
47	2,68	26,34	15,54	56,07	47,68
48	3,36	27,16	13,24	100,70	49,62
49	5,62	21,38	16,95	37,96	48,92
50	8,61	19,52	16,74	35,08	47,61
51	8,98	19,25	16,25	34,27	46,12
52	8,71	17,34	16,02	29,59	45,58
53	6,21	9,23	10,35	15,08	16,89
54	5,85	9,06	8,40	14,28	15,14
55	8,00	17,86	14,80	36,38	26,45
56	8,68	18,65	14,45	42,06	28,20
57	8,36	17,91	16,39	45,41	35,28
58	5,23	15,36	15,04	33,09	29,48
59	11,10	22,93	15,87	59,42	40,21
60	12,12	23,46	15,26	62,24	40,78
61	5,18	26,24	15,94	82,23	48,95
62	5,49	26,03	16,00	86,44	48,91
63	8,52	24,33	16,30	122,11	49,37
64	8,49	23,41	16,63	103,54	48,01
65	5,48	31,95	16,50	78,99	52,04
66	5,69	29,00	15,81	72,14	50,31
67	8,45	23,13	16,85	61,94	48,56
68	4,26	27,76	15,95	72,81	49,35
Min.	2,68	7,17	8,12	8,94	12,41
Max.	13,96	32,79	18,08	122,11	55,77
sd	2,25	6,96	2,74	25,98	12,89

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	P _{Bingham}	P _{Olson}	P _{ABDTPA}	P _{Morgan}	P _{Meh3}	P _{Çlaktat}	P _{CaLaktat}	P _{AAE10}
1	5,10	9,37	5,65	61,06	55,27	117,49	104,33	143,18
2	0,91	2,95	1,06	4,70	4,64	8,84	11,69	13,19
3	1,96	10,57	4,47	38,66	57,74	137,65	79,35	173,25
4	1,72	4,05	1,71	6,12	10,43	33,36	17,92	28,78
5	13,14	23,29	19,74	101,03	79,33	266,75	172,29	321,11
6	14,84	13,86	8,82	63,08	56,45	319,99	139,08	252,67
7	8,31	10,28	9,19	52,62	49,52	114,51	66,41	123,00
8	5,86	8,55	6,38	46,78	51,69	98,85	60,71	111,77
9	5,48	20,88	19,75	45,53	53,54	91,30	83,50	159,03
10	3,21	3,31	1,85	13,38	7,91	47,49	32,48	49,57
11	5,02	5,57	4,70	21,92	15,13	64,37	48,48	57,33
12	4,61	3,22	2,69	17,63	12,60	50,14	40,87	41,33
13	17,32	47,74	34,11	37,98	89,36	123,96	86,17	129,55
14	21,86	59,52	37,18	25,53	119,57	118,37	81,12	91,63
15	14,57	29,35	19,67	72,06	89,64	183,54	146,48	159,70
16	15,44	15,07	10,84	61,14	59,11	158,25	122,53	140,72
17	8,28	53,56	29,11	60,77	104,97	158,48	110,07	163,27
18	5,15	22,60	10,49	25,10	45,47	94,32	51,77	64,99
19	10,56	19,36	18,69	27,15	53,30	66,08	40,59	61,00
20	7,91	11,27	9,50	11,67	28,46	33,98	22,15	25,74
21	3,09	18,23	15,94	57,86	69,63	169,19	120,91	118,62
22	1,03	4,65	2,55	4,54	6,39	18,68	12,98	12,28
23	4,95	6,74	5,76	48,40	54,08	110,19	57,30	85,59
24	2,22	5,14	3,80	17,60	14,59	82,01	35,70	39,37
25	14,32	43,64	30,10	56,22	111,06	115,12	133,39	112,11
26	2,36	2,33	,98	4,73	6,32	12,23	18,18	12,25
27	5,32	33,34	24,18	45,58	85,47	87,93	117,36	87,83
28	3,27	4,41	2,24	13,55	15,96	91,34	49,91	35,54
29	1,95	5,10	2,86	11,89	16,88	34,26	36,67	28,43
30	0,89	2,13	1,09	8,25	5,23	22,39	20,68	18,62
31	15,15	42,45	32,39	33,49	94,08	92,74	66,80	71,47
32	15,37	27,88	20,85	23,51	64,59	64,51	48,24	49,92
33	3,49	8,72	4,34	43,39	43,58	225,75	110,72	71,62
34	2,67	5,59	2,17	17,37	22,01	106,27	60,10	38,88
35	4,20	23,39	9,51	70,82	103,94	146,58	167,57	203,22
36	2,30	3,93	1,46	14,39	16,52	37,06	35,07	40,67
37	1,39	6,67	2,25	15,70	30,42	53,59	57,92	73,21
38	0,88	3,73	1,26	7,73	10,84	29,73	22,29	25,32
39	8,98	22,96	11,17	18,24	62,42	52,83	31,95	42,98
40	6,13	15,88	7,48	12,06	38,40	32,40	24,94	31,59
41	1,47	3,70	0,74	3,67	4,16	15,01	13,62	13,14
42	1,11	3,28	0,75	3,40	3,31	6,71	9,29	8,40
43	1,23	9,32	2,44	13,53	31,87	53,72	41,54	63,43
44	1,31	4,87	1,32	4,34	15,92	23,55	16,24	20,17
45	2,12	27,60	8,23	15,10	38,42	48,36	50,97	60,11
46	1,19	7,61	2,22	2,76	11,15	7,31	25,75	15,84
47	1,22	11,23	3,63	9,46	14,76	13,82	28,40	26,04
48	0,94	2,73	0,40	3,52	3,30	4,56	11,40	9,43
49	5,58	41,67	25,54	33,98	83,89	90,89	83,57	118,29
50	4,00	29,13	16,88	23,25	57,14	74,21	57,74	77,47
51	0,74	10,26	5,71	22,33	34,60	65,90	52,07	62,52
52	0,79	2,25	0,93	5,56	7,18	18,83	16,07	16,27
53	10,32	39,39	31,05	39,56	103,28	108,80	75,50	83,22
54	5,10	33,03	27,21	22,28	92,00	74,03	53,77	52,52
55	1,69	7,19	2,71	20,93	23,05	69,96	35,23	41,81
56	0,81	1,70	0,40	7,89	11,20	35,67	14,12	17,73
57	5,42	23,16	14,70	19,74	59,63	67,50	47,78	40,79
58	0,42	5,50	2,76	2,83	14,30	20,99	11,94	10,98
59	2,86	21,57	10,14	22,96	60,64	88,79	72,43	11,10
60	1,43	3,51	1,01	6,14	15,89	56,55	27,62	16,73
61	6,46	11,37	3,46	15,50	38,63	29,25	47,23	30,63
62	5,24	12,79	5,86	17,25	44,84	35,55	60,26	36,21
63	0,74	3,33	1,22	6,29	14,01	27,52	21,71	18,01
64	0,46	2,20	0,63	5,38	9,19	40,94	17,30	14,04
65	2,28	6,40	2,37	7,99	28,94	21,07	40,16	23,82
66	0,88	2,56	0,93	2,52	11,30	10,01	19,11	10,44
67	5,39	27,29	16,13	72,39	176,36	186,06	197,32	147,43
68	1,40	7,66	3,30	10,18	28,90	22,93	42,13	25,20
Min.	0,42	1,70	0,40	2,52	3,30	4,56	9,29	8,40
Max.	21,86	59,52	37,18	101,03	176,36	319,99	197,32	321,11
sd	4,96	14,08	10,00	22,21	35,96	63,25	43,50	62,42

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	PBingham/I CP	PBingham/S pek-MM	POlsen/ICP	POlsen/Spek -MM	PABDTPA/ICP	PABDTPA/Spe k-MM	PMorgan/ICP	PMorgan/Spek- MM
1	5,10	4,98	9,37	7,29	5,65	6,15	61,06	65,66
2	,91	1,12	2,95	1,65	1,06	0,85	4,70	3,85
3	1,96	2,64	10,57	11,14	4,47	3,89	38,66	40,25
4	1,72	2,26	4,05	4,36	1,71	1,51	6,12	5,18
5	13,14	12,72	23,29	24,83	19,74	18,46	101,03	95,63
6	14,84	15,10	13,86	13,79	8,82	7,65	63,08	60,21
7	8,31	5,72	10,28	11,24	9,19	8,01	52,62	49,56
8	5,86	5,16	8,55	8,41	6,38	6,71	46,78	42,36
9	5,48	4,60	20,88	20,43	19,75	22,15	45,53	40,25
10	3,21	3,24	3,31	3,12	1,85	1,25	13,38	15,25
11	5,02	4,18	5,57	5,32	4,70	3,55	21,92	25,23
12	4,61	3,90	3,22	2,86	2,69	2,25	17,63	18,23
13	17,32	15,84	47,74	50,84	34,11	32,12	37,98	37,56
14	21,86	20,92	59,52	66,03	37,18	34,55	25,53	24,22
15	14,57	14,00	29,35	30,19	19,67	17,75	72,06	75,64
16	15,44	16,24	15,07	16,46	10,84	9,56	61,14	55,63
17	8,28	10,14	53,56	56,98	29,11	28,25	60,77	60,25
18	5,15	6,36	22,60	23,41	10,49	9,45	25,10	24,15
19	10,56	9,68	19,36	19,14	18,69	19,56	27,15	23,15
20	7,91	8,14	11,27	11,98	9,50	8,56	11,67	10,25
21	3,09	3,40	18,23	19,98	15,94	13,25	57,86	60,27
22	1,03	1,18	4,65	5,89	2,55	3,12	4,54	5,12
23	4,95	5,44	6,74	5,88	5,76	6,45	48,40	45,69
24	2,22	2,78	5,14	4,68	3,80	4,15	17,60	19,56
25	14,32	15,00	43,64	41,94	30,10	28,56	56,22	59,63
26	2,36	3,52	2,33	3,80	0,98	0,77	4,73	4,62
27	5,32	6,86	33,34	34,74	24,18	22,13	45,58	44,69
28	3,27	3,54	4,41	5,66	2,24	1,89	13,55	13,47
29	1,95	2,00	5,10	4,76	2,86	3,12	11,89	10,25
30	0,89	0,24	2,13	2,36	1,09	0,89	8,25	9,54
31	15,15	18,96	42,45	43,35	32,39	33,25	33,49	33,25
32	15,37	15,62	27,88	30,80	20,85	18,45	23,51	22,31
33	3,49	4,38	8,72	9,77	4,34	4,30	43,39	45,23
34	2,67	3,16	5,59	3,69	2,17	2,22	17,37	16,54
35	4,20	3,86	23,39	23,01	9,51	9,41	70,82	71,56
36	2,30	3,08	3,93	4,01	1,46	1,36	14,39	15,33
37	1,39	0,86	6,67	4,88	2,25	2,20	15,70	17,54
38	0,88	0,34	3,73	2,36	1,26	1,24	7,73	6,55
39	8,98	8,04	22,96	20,19	11,17	12,45	18,24	17,52
40	6,13	5,62	15,88	14,94	7,48	6,66	12,06	10,25
41	1,47	1,98	3,70	2,43	0,74	0,75	3,67	3,99
42	1,11	2,92	3,28	1,98	0,75	0,69	3,40	4,55
43	1,23	1,44	9,32	6,33	2,44	2,55	13,53	15,46
44	1,31	1,20	4,87	2,48	1,32	1,35	4,34	5,24
45	2,12	1,72	27,60	19,51	8,23	8,25	15,10	18,54
46	1,19	0,92	7,61	3,51	2,22	2,32	2,76	2,55
47	1,22	0,50	11,23	8,38	3,63	3,65	9,46	8,11
48	0,94	1,14	2,73	1,38	0,40	0,36	3,52	4,23
49	5,58	5,20	41,67	36,40	25,54	22,45	33,98	31,21
50	4,00	4,86	29,13	25,33	16,88	14,56	23,25	20,14
51	0,74	0,34	10,26	10,11	5,71	4,45	22,33	19,89
52	0,79	0,48	2,25	2,22	0,93	0,65	5,56	4,56
53	10,32	11,82	39,39	35,14	31,05	33,45	39,56	42,25
54	5,10	6,04	33,03	31,16	27,21	26,58	22,28	23,45
55	1,69	1,50	7,19	6,51	2,71	1,99	20,93	21,33
56	0,81	0,90	1,70	2,81	0,40	0,55	7,89	8,45
57	5,42	5,42	23,16	20,37	14,70	15,22	19,74	17,02
58	0,42	0,38	5,50	4,80	2,76	3,12	2,83	3,12
59	2,86	2,62	21,57	18,96	10,14	12,53	22,96	23,45
60	1,43	1,50	3,51	3,75	1,01	1,23	6,14	7,14
61	6,46	6,50	11,37	7,98	3,46	4,45	15,50	14,12
62	5,24	5,44	12,79	8,52	5,86	7,66	17,25	17,56
63	0,74	0,70	3,33	3,67	1,22	1,11	6,29	7,28
64	0,46	0,42	2,20	2,27	0,63	0,75	5,38	5,66
65	2,28	2,38	6,40	5,23	2,37	2,40	7,99	6,44
66	,88	,80	2,56	2,45	,93	,88	2,52	3,12
67	5,39	5,22	27,29	22,88	16,13	17,56	72,39	70,35
68	1,40	1,36	7,66	6,27	3,30	3,25	10,18	9,33
Min.	0,42	0,24	1,70	1,38	0,40	0,36	2,52	2,55
Max.	21,86	20,92	59,52	66,03	37,18	34,55	101,03	95,63
sd	4,96	5,04	14,08	14,50	10,00	9,71	22,21	21,88

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	P _{Meh3} /ICP	P _{Meh3} /Spek -MM	P _{ÇLaktat} /ICP	P _{ÇLaktat} /Sp ek-MM	P _{CaLaktat} /ICP	P _{CaLaktat} /Spek -MM	P _{AEE10} /ICP	P _{AEE10} /Spek -MM
1	55,27	45,26	117,49	115,25	104,33	96,52	143,18	165,33
2	4,64	3,65	8,84	7,89	11,69	12,33	13,19	15,63
3	57,74	60,32	137,65	145,66	79,35	85,66	173,25	189,64
4	10,43	11,45	33,36	36,35	17,92	12,36	28,78	24,12
5	79,33	85,22	266,75	244,56	172,29	185,45	321,11	356,97
6	56,45	59,65	319,99	299,65	139,08	145,66	252,67	225,45
7	49,52	44,21	114,51	125,36	66,41	70,23	123,00	111,36
8	51,69	46,33	98,85	101,23	60,71	69,33	111,77	125,47
9	53,54	60,12	91,30	99,32	83,50	95,88	159,03	167,89
10	7,91	6,22	47,49	46,56	32,48	33,25	49,57	44,21
11	15,13	13,25	64,37	55,32	48,48	56,64	57,33	55,23
12	12,60	14,02	50,14	45,63	40,87	50,21	41,33	35,67
13	89,36	90,23	123,96	135,42	86,17	90,66	129,55	110,21
14	119,57	128,33	118,37	109,65	81,12	75,32	91,63	83,21
15	89,64	85,23	183,54	175,23	146,48	132,54	159,70	132,47
16	59,11	60,12	158,25	145,32	122,53	112,36	140,72	125,47
17	104,97	106,99	158,48	166,54	110,07	102,36	163,27	186,32
18	45,47	40,12	94,32	85,63	51,77	45,22	64,99	72,12
19	53,30	50,51	66,08	65,23	40,59	35,21	61,00	60,32
20	28,46	27,55	33,98	35,42	22,15	20,13	25,74	24,12
21	69,63	72,33	169,19	155,42	120,91	145,63	118,62	131,12
22	6,39	5,65	18,68	16,98	12,98	11,23	12,28	11,23
23	54,08	50,21	110,19	117,54	57,30	55,26	85,59	86,37
24	14,59	16,35	82,01	86,32	35,70	30,12	39,37	40,12
25	111,06	95,78	115,12	125,33	133,39	132,24	112,11	142,36
26	6,32	5,66	12,23	15,42	18,18	20,13	12,25	9,63
27	85,47	90,23	87,93	75,23	117,36	123,56	87,83	88,25
28	15,96	14,78	91,34	85,63	49,91	50,21	35,54	30,21
29	16,88	16,98	34,26	29,33	36,67	35,66	28,43	26,34
30	5,23	4,33	22,39	19,63	20,68	21,35	18,62	19,64
31	94,08	101,12	92,74	115,23	66,80	55,23	71,47	72,36
32	64,59	55,66	64,51	75,21	48,24	44,23	49,92	47,89
33	43,58	40,19	225,75	232,11	110,72	111,21	71,62	89,63
34	22,01	20,27	106,27	115,24	60,10	62,33	38,88	35,21
35	103,94	115,66	146,58	132,47	167,57	155,23	203,22	215,23
36	16,52	17,85	37,06	35,66	35,07	36,56	40,67	32,14
37	30,42	33,25	53,59	54,23	57,92	60,14	73,21	62,33
38	10,84	14,56	29,73	25,47	22,29	25,45	25,32	24,25
39	62,42	56,64	52,83	55,23	31,95	36,33	42,98	40,12
40	38,40	35,44	32,40	29,65	24,94	22,12	31,59	29,66
41	4,16	3,66	15,01	14,25	13,62	15,21	13,14	10,23
42	3,31	4,21	6,71	5,64	9,29	11,23	8,40	7,46
43	31,87	34,77	53,72	60,33	41,54	35,21	63,43	75,60
44	15,92	18,99	23,55	31,21	16,24	15,23	20,17	21,36
45	38,42	34,89	48,36	55,47	50,97	51,24	60,11	65,47
46	11,15	12,23	7,31	6,66	25,75	30,28	15,84	13,24
47	14,76	14,33	13,82	17,45	28,40	26,78	26,04	32,47
48	3,30	3,15	4,56	5,68	11,40	10,79	9,43	8,45
49	83,89	86,36	90,89	80,12	83,57	76,54	118,29	120,01
50	57,14	50,12	74,21	65,64	57,74	50,23	77,47	80,23
51	34,60	38,33	65,90	66,23	52,07	66,57	62,52	66,54
52	7,18	8,12	18,83	17,56	16,07	14,33	16,27	14,59
53	103,28	115,20	108,80	90,45	75,50	71,24	83,22	80,23
54	92,00	85,62	74,03	77,21	53,77	55,69	52,52	50,87
55	23,05	21,44	69,96	60,23	35,23	29,64	41,81	45,69
56	11,20	9,87	35,67	31,25	14,12	13,12	17,73	18,97
57	59,63	63,21	67,50	65,23	47,78	56,97	40,79	44,21
58	14,30	17,55	20,99	25,47	11,94	9,96	10,98	9,63
59	60,64	66,32	88,79	71,24	72,43	81,24	11,10	8,65
60	15,89	13,25	56,55	66,32	27,62	20,36	16,73	15,55
61	38,63	40,11	29,25	36,54	47,23	64,32	30,63	28,97
62	44,84	48,45	35,55	29,65	60,26	55,67	36,21	40,12
63	14,01	16,25	27,52	21,45	21,71	20,11	18,01	19,65
64	9,19	8,89	40,94	42,12	17,30	16,35	14,04	16,47
65	28,94	36,35	21,07	25,45	40,16	49,65	23,82	21,36
66	11,30	12,35	10,01	9,66	19,11	17,44	10,44	9,56
67	176,36	195,23	186,06	198,45	197,32	179,66	147,43	125,64
68	28,90	25,45	22,93	21,36	42,13	36,33	25,20	24,33
Min.	3,30	3,15	4,56	5,64	9,29	9,96	8,40	7,46
Max.	176,36	195,23	319,99	299,65	197,32	185,45	321,11	356,97
sd	35,96	37,75	63,25	61,52	43,50	43,45	62,42	65,38

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	NaHN4OAc	NaABDTPA	NaMorgan	NaMeh3	NaAAE10	NaKDKBa-1	NaNH4-c
1	28	32	39	33	42	173	113
2	40	48	67	54	88	140	132
3	32	39	50	40	66	121	122
4	49	61	71	57	90	221	142
5	16	12	19	17	35	118	101
6	18	16	26	20	22	105	104
7	13	7	10	30	25	100	96
8	12	7	10	41	24	115	96
9	19	20	31	18	35	105	105
10	16	14	24	18	30	124	101
11	33	40	60	50	62	160	122
12	34	38	62	51	72	135	123
13	116	138	116	114	196	279	221
14	184	198	165	180	255	351	342
15	75	84	117	107	145	239	177
16	59	71	102	91	109	257	161
17	49	63	63	55	90	221	152
18	49	58	60	55	92	229	143
19	36	49	40	40	69	156	137
20	61	81	64	65	115	207	200
21	46	58	71	55	82	258	154
22	198	198	213	202	256	407	376
23	17	18	18	18	36	140	116
24	23	22	32	36	35	118	107
25	121	139	160	128	198	423	181
26	154	157	196	155	256	548	281
27	150	161	190	156	245	547	341
28	161	162	192	172	290	682	331
29	63	81	93	69	115	223	200
30	44	53	67	47	88	109	173
31	14	16	13	14	22	117	103
32	16	20	14	16	28	115	103
33	25	28	37	30	46	163	114
34	33	37	47	37	61	172	122
35	24	30	44	32	43	134	114
36	22	26	40	27	36	158	110
37	51	62	72	53	89	256	146
38	64	73	94	79	109	197	157
39	14	13	14	16	22	145	93
40	19	20	21	21	36	154	97
41	14	11	28	19	22	149	92
42	19	16	36	28	42	103	95
43	75	85	114	80	161	161	181
44	94	101	139	99	156	273	221
45	66	68	98	67	106	114	159
46	63	67	97	68	111	176	161
47	26	22	46	31	46	104	103
48	55	60	92	77	102	202	137
49	40	60	65	50	83	145	129
50	37	48	60	47	70	145	131
51	19	18	29	21	32	95	104
52	46	51	67	45	80	130	130
53	13	10	11	16	23	105	91
54	12	9	9	14	26	104	89
55	33	39	44	41	65	120	113
56	51	55	52	56	103	152	125
57	27	28	40	32	40	160	110
58	28	31	36	30	53	157	106
59	59	62	76	64	101	178	141
60	60	61	81	67	109	235	143
61	61	61	96	75	107	162	155
62	61	70	94	71	125	178	152
63	27	28	48	46	51	180	118
64	42	49	66	51	78	140	125
65	76	86	109	91	135	226	143
66	75	85	108	89	142	185	152
67	40	42	60	44	75	176	122
68	49	46	74	54	84	193	132
Min.	12	7	9	14	22	95	89
Max.	198	198	213	202	290	682	376
sd	41	44	48	42	64	110	62

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	NaHN4OAc-ICP	NaHN4OAc-Alev	NaABDTPA-ICP	NaABDTPA-Alev	NaMorgan-ICP	NaMorgan-Alev	NaMeh3-ICP	NaMeh3-Alev
1	28	28	32	28	39	42	33	28
2	40	50	48	52	67	66	54	50
3	32	40	39	33	50	52	40	45
4	49	60	61	59	71	68	57	50
5	16	18	12	14	19	22	17	20
6	18	16	16	18	26	30	20	25
7	13	14	7	9	10	12	30	35
8	12	11	7	6	10	14	41	44
9	19	24	20	18	31	33	18	22
10	16	20	14	12	24	26	18	19
11	33	38	40	44	60	65	50	55
12	34	40	38	45	62	60	51	45
13	116	136	138	131	116	110	114	105
14	184	214	198	189	165	155	180	190
15	75	48	84	85	117	120	107	103
16	59	72	71	76	102	106	91	99
17	49	28	63	60	63	60	55	50
18	49	58	58	55	60	65	55	50
19	36	24	49	52	40	46	40	45
20	61	82	81	88	64	60	65	60
21	46	32	58	52	71	73	55	51
22	198	190	198	190	213	201	202	195
23	17	22	18	16	18	20	18	20
24	23	30	22	21	32	35	36	40
25	121	142	139	125	160	176	128	119
26	154	186	157	145	196	186	155	145
27	150	176	161	168	190	183	156	165
28	161	190	162	170	192	195	172	165
29	63	78	81	90	93	95	69	60
30	44	58	53	56	67	66	47	40
31	14	18	16	22	13	15	14	20
32	16	22	20	21	14	16	16	20
33	25	32	28	25	37	40	30	25
34	33	38	37	39	47	44	37	35
35	24	30	30	31	44	40	32	30
36	22	28	26	27	40	43	27	30
37	51	60	62	66	72	70	53	50
38	64	72	73	75	94	100	79	65
39	14	21	13	14	14	16	16	20
40	19	27	20	21	21	20	21	25
41	14	18	11	12	28	25	19	15
42	19	26	16	17	36	38	28	25
43	75	91	85	90	114	109	80	74
44	94	116	101	95	139	146	99	95
45	66	78	68	70	98	88	67	65
46	63	72	67	66	97	99	68	65
47	26	32	22	20	46	46	31	25
48	55	58	60	65	92	89	77	70
49	40	52	60	62	65	60	50	45
50	37	50	48	45	60	66	47	45
51	19	26	18	20	29	30	21	25
52	46	58	51	60	67	78	45	50
53	13	18	10	12	11	12	16	15
54	12	18	9	8	9	14	14	15
55	33	46	39	45	44	40	41	35
56	51	64	55	54	52	49	56	55
57	27	32	28	25	40	45	32	35
58	28	40	31	30	36	41	30	35
59	59	72	62	65	76	77	64	60
60	60	74	61	55	81	88	67	65
61	61	80	61	55	96	104	75	70
62	61	80	70	75	94	96	71	65
63	27	35	28	32	48	45	46	45
64	42	54	49	45	66	60	51	55
65	76	88	86	88	109	110	91	95
66	75	94	85	81	108	120	89	95
67	40	48	42	39	60	76	44	42
68	49	62	46	54	74	65	54	55
Min.	12	11	7	6	9	12	14	15
Max.	198	214	198	190	213	201	202	195
sd	41	47	44	43	48	47	42	41

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	NaAAE10-ICP	NaAAE10-Alev	NaKDKBa-1-ICP	NaKDKBa-1-Alev	NaNH4-c-ICP	NaNH4-c-Alev
1	42	45	173	165	113	109
2	88	95	140	135	132	125
3	66	65	121	128	122	120
4	90	95	221	224	142	135
5	35	40	118	123	101	98
6	22	25	105	101	104	109
7	25	30	100	95	96	101
8	24	25	115	111	96	102
9	35	40	105	96	105	100
10	30	35	124	120	101	95
11	62	65	160	149	122	120
12	72	75	135	129	123	120
13	196	205	279	265	221	215
14	255	260	351	339	342	325
15	145	155	239	230	177	185
16	109	115	257	245	161	170
17	90	85	221	215	152	160
18	92	90	229	235	143	145
19	69	65	156	159	137	135
20	115	110	207	210	200	195
21	82	85	258	260	154	145
22	256	245	407	385	376	370
23	36	35	140	135	116	110
24	35	30	118	109	107	100
25	198	180	423	415	181	180
26	256	240	548	525	281	275
27	245	240	547	519	341	329
28	290	280	682	617	331	339
29	115	110	223	215	200	195
30	88	80	109	105	173	181
31	22	20	117	109	103	100
32	28	25	115	120	103	100
33	46	45	163	170	114	120
34	61	65	172	175	122	125
35	43	45	134	140	114	110
36	36	35	158	165	110	106
37	89	85	256	245	146	140
38	109	95	197	185	157	156
39	22	20	145	135	93	90
40	36	30	154	165	97	90
41	22	20	149	155	92	100
42	42	45	103	110	95	100
43	161	164	161	155	181	192
44	156	155	273	260	221	224
45	106	102	114	109	159	146
46	111	110	176	165	161	159
47	46	50	104	115	103	100
48	102	110	202	210	137	130
49	83	86	145	155	129	123
50	70	74	145	138	131	125
51	32	28	95	101	104	110
52	80	86	130	125	130	129
53	23	26	105	100	91	99
54	26	30	104	100	89	80
55	65	72	120	125	113	110
56	103	98	152	159	125	120
57	40	46	160	149	110	115
58	53	49	157	151	106	100
59	101	116	178	175	141	135
60	109	114	235	222	143	139
61	107	112	162	155	155	159
62	125	122	178	169	152	161
63	51	49	180	198	118	121
64	78	72	140	156	125	126
65	135	130	226	220	143	140
66	142	140	185	175	152	155
67	75	70	176	170	122	145
68	84	79	193	200	132	135
Min.	22	20	95	95	89	80
Max.	290	280	682	617	376	370
sd	64	63	110	102	62	61

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	K _{HN4OAc}	K _{ABDTPA}	K _{Morgan}	K _{Meh3}	K _{AAE10}	K _{CLaktat}	K _{CaLaktat}	K _{KDKBa-1}	K _{KDKNH4-c}
1	195	212	284	294	443	582	204	448	554
2	196	209	318	301	423	317	257	420	538
3	220	219	348	332	496	224	296	463	442
4	161	169	266	243	370	340	251	284	312
5	290	288	403	417	637	591	361	619	653
6	342	322	487	475	704	477	444	713	783
7	63	61	90	99	162	166	158	157	190
8	45	45	70	78	118	178	140	107	127
9	227	244	383	306	534	339	300	533	634
10	225	241	378	351	530	661	317	589	668
11	121	126	256	247	315	263	212	219	347
12	102	111	237	218	279	182	194	205	293
13	140	171	194	193	323	226	226	329	356
14	112	131	161	158	268	160	215	239	272
15	279	279	480	500	645	292	371	583	589
16	266	259	485	485	612	481	372	530	615
17	415	360	491	520	789	884	551	850	911
18	389	340	458	481	750	851	494	761	848
19	113	136	157	158	318	224	227	282	360
20	77	89	103	104	224	158	198	158	248
21	179	202	329	280	448	602	297	543	605
22	81	119	186	157	201	194	200	312	356
23	145	167	214	202	371	388	271	368	392
24	107	117	210	199	287	204	171	258	317
25	600	464	710	691	1073	1296	485	1217	1239
26	208	217	362	294	452	494	298	409	485
27	472	414	654	606	871	1142	800	1125	1204
28	207	218	339	306	486	518	334	431	431
29	181	203	335	275	441	332	309	428	451
30	78	96	180	128	201	113	211	172	217
31	152	184	206	206	371	295	242	334	372
32	134	159	170	183	331	245	212	330	333
33	317	275	452	405	666	320	379	583	612
34	255	235	407	355	586	383	351	436	469
35	500	392	641	650	950	734	601	1041	1090
36	307	264	475	424	513	692	359	584	643
37	425	346	555	487	805	857	513	840	858
38	371	306	517	490	714	336	467	646	721
39	56	82	106	93	178	269	131	234	235
40	47	60	80	73	133	212	123	137	182
41	79	89	199	158	253	356	140	178	211
42	68	64	166	133	193	139	129	163	166
43	430	347	553	503	791	367	533	891	887
44	364	290	507	449	724	497	511	752	774
45	558	382	659	574	961	259	611	1081	1122
46	319	260	471	399	643	358	404	617	638
47	257	209	397	360	564	227	272	501	609
48	122	141	206	198	286	199	200	255	312
49	365	331	542	484	742	585	437	1036	1087
50	230	240	393	364	525	415	306	750	732
51	217	223	366	315	510	319	293	575	608
52	71	90	165	116	186	163	151	196	225
53	51	67	94	89	170	185	128	160	195
54	52	53	73	71	149	161	119	139	177
55	113	128	193	177	284	179	167	316	348
56	71	84	106	110	202	151	140	184	218
57	148	153	268	216	354	480	215	548	537
58	75	82	136	100	195	250	134	301	342
59	241	211	362	331	503	273	291	506	513
60	159	150	271	232	355	263	223	285	317
61	336	282	487	441	626	365	364	731	775
62	339	298	491	455	645	421	389	789	866
63	204	226	350	364	463	419	318	574	645
64	167	201	305	279	369	311	243	460	531
65	426	330	540	530	703	373	361	814	875
66	237	238	401	346	479	281	284	511	599
67	635	411	672	691	932	743	579	1435	1473
68	466	341	572	555	765	839	432	1063	1068
Min.	45	45	70	71	118	113	119	107	127
Max.	635	464	710	691	1073	1296	800	1435	1473
sd	146	103	171	166	236	243	144	301	302

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	K _H N ₄ OAc-ICP	K _H N ₄ OAc-Alev	K _{ABD} TPA-ICP	K _{ABD} TPA-Alev	K _{Morgan} -ICP	K _{Morgan} -Alev	K _{Meh3} -ICP	K _{Meh3} -Alev
1	195	220	212	192	284	312	294	315
2	196	220	209	180	318	322	301	316
3	220	240	219	184	348	352	332	350
4	161	110	169	144	266	269	243	285
5	290	320	288	264	403	415	417	450
6	342	380	322	304	487	490	475	501
7	63	90	61	68	90	85	99	88
8	45	70	45	52	70	75	78	90
9	227	140	244	204	383	390	306	350
10	225	230	241	216	378	387	351	365
11	121	150	126	112	256	265	247	288
12	102	140	111	104	237	260	218	251
13	140	180	171	136	194	201	193	214
14	112	150	131	104	161	180	158	165
15	279	300	279	244	480	486	500	553
16	266	280	259	236	485	488	485	495
17	415	420	360	402	491	502	520	541
18	389	400	340	352	458	460	481	490
19	113	140	136	120	157	160	158	165
20	77	110	89	88	103	115	104	157
21	179	210	202	176	329	315	280	295
22	81	110	119	96	186	190	157	167
23	145	180	167	152	214	225	202	225
24	107	130	117	112	210	230	199	208
25	600	620	464	430	710	725	691	698
26	208	220	217	168	362	380	294	301
27	472	480	414	416	654	750	606	590
28	207	220	218	164	339	356	306	342
29	181	210	203	172	335	347	275	284
30	78	110	96	88	180	198	128	136
31	152	190	184	172	206	216	206	234
32	134	170	159	144	170	186	183	195
33	317	320	275	260	452	462	405	423
34	255	260	235	216	407	450	355	371
35	500	520	392	412	641	658	650	640
36	307	320	264	272	475	488	424	425
37	425	400	346	352	555	569	487	490
38	371	360	306	292	517	523	490	512
39	56	100	82	84	106	98	93	124
40	47	80	60	68	80	95	73	88
41	79	210	89	92	199	205	158	145
42	68	90	64	76	166	178	133	156
43	430	420	347	352	553	560	503	532
44	364	360	290	216	507	512	449	456
45	558	540	382	412	659	680	574	598
46	319	320	260	256	471	475	399	421
47	257	260	209	204	397	401	360	356
48	122	170	141	128	206	214	198	231
49	365	390	331	416	542	560	484	497
50	230	260	240	252	393	402	364	366
51	217	240	223	204	366	390	315	328
52	71	110	90	88	165	175	116	154
53	51	80	67	76	94	95	89	95
54	52	80	53	64	73	76	71	96
55	113	140	128	118	193	196	177	188
56	71	110	84	84	106	123	110	124
57	148	180	153	148	268	275	216	243
58	75	110	82	84	136	145	100	126
59	241	270	211	188	362	387	331	354
60	159	180	150	132	271	290	232	242
61	336	360	282	264	487	493	441	462
62	339	350	298	310	491	499	455	467
63	204	240	226	202	350	365	364	378
64	167	210	201	176	305	315	279	287
65	426	410	330	336	540	549	530	542
66	237	270	238	220	401	425	346	354
67	635	670	411	440	672	687	691	680
68	466	460	341	408	572	588	555	567
Min.	45	70	45	52	70	75	71	88
Max.	635	670	464	440	710	750	691	698
sd	146	137	103	110	171	175	166	163

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	KAAE10- ICP	KAAE10- Alev	KKDKBa- 1-ICP	KKDKBa- 1-Alev	KNH4-c- ICP	KNH4-c- Alev	KÇLaktat- ICP	KÇLaktat- Alev	KCaLaktat- ICP	KCaLaktat- Alev
1	443	460	582	590	204	221	448	456	554	565
2	423	435	317	325	257	265	420	435	538	547
3	496	510	224	234	296	312	463	467	442	465
4	370	380	340	364	251	260	284	298	312	347
5	637	640	591	600	361	374	619	550	653	689
6	704	719	477	488	444	465	713	756	783	792
7	162	187	166	176	158	157	157	201	190	201
8	118	125	178	189	140	147	107	154	127	137
9	534	542	339	347	300	309	533	565	634	674
10	530	549	661	687	317	324	589	624	668	689
11	315	322	263	269	212	223	219	264	347	364
12	279	287	182	197	194	205	205	225	293	324
13	323	334	226	236	226	234	329	356	356	378
14	268	278	160	171	215	220	239	254	272	288
15	645	651	292	299	371	384	583	587	589	590
16	612	627	481	497	372	384	530	569	615	628
17	789	796	884	891	551	560	850	900	911	958
18	750	765	851	861	494	502	761	754	848	869
19	318	326	224	225	227	230	282	288	360	379
20	224	236	158	165	198	200	158	164	248	265
21	448	460	602	614	297	312	543	564	605	637
22	201	214	194	199	200	223	312	387	356	378
23	371	389	388	400	271	281	368	401	392	421
24	287	296	204	220	171	184	258	324	317	322
25	1073	1100	1296	1320	485	490	1217	1347	1239	1299
26	452	503	494	505	298	300	409	456	485	496
27	871	888	1142	1230	800	814	1125	1257	1204	1250
28	486	450	518	550	334	340	431	457	431	460
29	441	456	332	340	309	321	428	433	451	470
30	201	214	113	125	211	215	172	189	217	220
31	371	387	295	315	242	264	334	357	372	389
32	331	348	245	249	212	222	330	369	333	366
33	666	700	320	334	379	367	583	599	612	625
34	586	607	383	397	351	341	436	460	469	479
35	950	968	734	745	601	621	1041	1150	1090	1120
36	513	529	692	702	359	365	584	598	643	689
37	805	814	857	860	513	517	840	860	858	925
38	714	736	336	341	467	480	646	698	721	756
39	178	180	269	288	131	145	234	247	235	299
40	133	154	212	222	123	140	137	155	182	245
41	253	257	356	364	140	151	178	188	211	268
42	193	205	139	145	129	150	163	156	166	200
43	791	809	367	378	533	540	891	874	887	901
44	724	739	497	499	511	527	752	741	774	750
45	961	974	259	249	611	614	1081	1150	1122	1203
46	643	649	358	364	404	419	617	702	638	660
47	564	576	227	230	272	288	501	590	609	620
48	286	296	199	212	200	213	255	275	312	341
49	742	789	585	590	437	444	1036	1190	1087	1140
50	525	533	415	420	306	318	750	790	732	776
51	510	561	319	324	293	302	575	588	608	632
52	186	203	163	180	151	164	196	214	225	223
53	170	189	185	190	128	134	160	188	195	199
54	149	160	161	170	119	120	139	157	177	170
55	284	299	179	197	167	169	316	329	348	359
56	202	217	151	165	140	143	184	214	218	224
57	354	368	480	495	215	220	548	599	537	547
58	195	199	250	264	134	142	301	359	342	366
59	503	527	273	270	291	305	506	541	513	514
60	355	360	263	283	223	236	285	298	317	369
61	626	640	365	372	364	375	731	754	775	780
62	645	670	421	431	389	396	789	798	866	890
63	463	489	419	429	318	324	574	597	645	655
64	369	375	311	327	243	249	460	488	531	587
65	703	729	373	381	361	370	814	831	875	900
66	479	498	281	296	284	299	511	517	599	520
67	932	1015	743	756	579	581	1435	1678	1473	1550
68	765	814	839	854	432	450	1063	1247	1068	1100
Min.	118	125	113	125	119	120	107	154	127	137
Max.	1073	1100	1296	1320	800	814	1435	1678	1473	1550
sd	236	242	243	248	144	144	301	330	302	310

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	CaNH4OA c	CaMorgan	CaMeh3	CaAAE10	CaKDKBa- 1	CaKDKNH 4-c	CaNH4OA c-ICP	CaNH4OA c-Alev	CaMorgan- ICP	CaMorgan- Alev
1	2238	2094	2447	4225	2750	2998	2238	1750	2094	1950
2	2950	2460	3533	6054	1124	5775	2950	2450	2460	2220
3	3498	2438	4191	6737	2241	6797	3498	3250	2438	2350
4	3528	2435	4131	7308	4400	7502	3528	3350	2435	2215
5	2952	2445	3628	5780	3010	6139	2952	2550	2445	2150
6	3229	2432	4305	7030	1953	7202	3229	2950	2432	2350
7	1705	1884	1728	3271	1387	3539	1705	1300	1884	1658
8	1324	1702	1400	3033	2057	2682	1324	970	1702	1558
9	2935	2478	3684	7697	1695	6557	2935	2530	2478	2256
10	2817	2473	5313	7549	2701	6635	2817	2350	2473	2178
11	3178	2262	13487	7354	2720	7248	3178	2850	2262	1900
12	3086	2182	14224	7307	1612	7238	3086	2950	2182	2025
13	1455	1659	1473	2697	1960	2243	1455	950	1659	1568
14	1572	1621	1813	2658	1793	2604	1572	1100	1621	1578
15	3467	2210	14534	7303	2455	7640	3467	3250	2210	2013
16	3441	2138	15770	7250	3607	7619	3441	3050	2138	2057
17	3367	2469	4201	5601	5498	6719	3367	2900	2469	2269
18	3635	2482	4445	5998	6076	6410	3635	3200	2482	2199
19	1179	1408	1492	2306	1827	2191	1179	1280	1408	1247
20	2350	1220	1294	1862	1397	2613	2350	2400	1220	1101
21	2888	2492	4919	6476	2890	6324	2888	2450	2492	2198
22	2860	2469	7157	6628	1022	6236	2860	1950	2469	2348
23	1765	1962	2291	3588	2293	3456	1765	850	1962	1756
24	3213	2457	9933	6731	1885	4931	3213	2900	2457	2256
25	4085	2223	6286	7664	7295	5176	4085	3950	2223	2133
26	3748	2198	6723	7612	5559	7163	3748	3470	2198	1956
27	3861	2164	7322	7502	6220	8984	3861	3630	2164	1878
28	3701	2341	6392	7459	6932	8868	3701	3400	2341	2145
29	3259	2257	5906	7686	3104	8836	3259	2850	2257	2024
30	3050	2312	6734	7691	692	8687	3050	2550	2312	2178
31	918	1241	1101	1734	1563	1259	918	630	1241	1056
32	731	973	931	1514	1243	801	731	500	973	856
33	3845	2389	6076	7151	3454	7196	3845	3630	2389	2156
34	3986	2301	6626	7688	6477	7947	3986	3850	2301	2203
35	3601	2275	6398	7647	4263	7568	3601	3250	2275	2147
36	3402	2244	6188	7651	4718	7064	3402	3050	2244	2079
37	4582	2220	7356	7583	9633	9533	4582	4500	2220	2036
38	4791	2174	8414	7577	4546	9127	4791	4800	2174	2048
39	997	1274	1423	1920	2845	976	997	750	1274	1121
40	1482	1584	2188	2660	2892	2088	1482	1100	1584	1355
41	3425	2085	13308	7470	6869	5932	3425	3150	2085	1847
42	3627	2000	15685	7439	2905	6152	3627	3500	2000	1912
43	4054	2138	6842	7567	2789	8569	4054	3650	2138	1956
44	4315	2085	7464	7567	5521	10033	4315	4200	2085	1865
45	4847	2052	7825	7513	2566	9487	4847	4850	2052	1903
46	4731	1993	8454	7529	5294	9980	4731	4900	1993	1874
47	3974	2039	9445	7398	2354	6652	3974	3850	2039	2002
48	3715	1599	17849	7266	2774	7271	3715	3450	1599	1455
49	3270	2239	5973	7649	2330	6236	3270	2800	2239	2089
50	3106	2337	5536	7651	2222	6749	3106	2600	2337	2154
51	3244	2350	5710	7665	1962	6277	3244	2900	2350	2202
52	2894	2356	4881	7585	1158	5101	2894	2400	2356	2165
53	1546	1683	2364	2865	2092	2066	1546	1150	1683	1478
54	1527	1358	2267	2579	2162	1432	1527	1150	1358	1256
55	2931	2267	5927	4335	1693	4919	2931	2450	2267	2147
56	2930	2216	6811	4559	1789	4184	2930	2480	2216	2049
57	2966	2460	7655	5909	3550	5432	2966	2550	2460	2268
58	2576	2370	5498	4965	1907	4506	2576	2000	2370	2105
59	3915	2383	10548	7055	3501	7834	3915	3750	2383	2099
60	4135	2319	11275	7312	7538	7944	4135	4000	2319	2157
61	3767	2000	13838	7612	2878	7225	3767	3450	2000	1846
62	3735	2017	14632	7612	2931	7544	3735	3450	2017	1956
63	3334	2161	21619	7650	2348	7373	3334	2950	2161	2077
64	3209	2247	18179	7550	1574	6135	3209	2700	2247	2149
65	4257	2063	12626	7602	3103	6262	4257	4150	2063	1943
66	3924	1998	11583	7619	2760	5734	3924	3650	1998	1856
67	3739	2139	9938	7628	2974	6026	3739	3300	2139	2063
68	4053	1990	12040	7609	6014	5934	4053	3800	1990	1734
Min.	731	973	931	1514	692	801	731	699	973	899
Max.	4847	2492	21619	7697	9633	10033	4847	4900	2492	2415
sd	989	356	4773	1997	1875	1337	989	1076	356	341

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	CaMeh3- ICP	CaMeh3- Alev	CaAAE10- ICP	CaAAE10- Alev	CaKDKBa- 1-ICP	CaKDKBa- 1-Alev	CaKDKBa- 1-ICP	CaKDKBa- 1-Alev
1	2447	2245	4225	4061	2750	2675	2998	2546
2	3533	3345	6054	5563	1124	1026	5775	5012
3	4191	3896	6737	6345	2241	2145	6797	6522
4	4131	3978	7308	7012	4400	4300	7502	7021
5	3628	3568	5780	5666	3010	2978	6139	6001
6	4305	4006	7030	6479	1953	1856	7202	6856
7	1728	1652	3271	3001	1387	1245	3539	3354
8	1400	1247	3033	2901	2057	1896	2682	2421
9	3684	3458	7697	7325	1695	1456	6557	6012
10	5313	4970	7549	7421	2701	2547	6635	6235
11	13487	12048	7354	7145	2720	2456	7248	6987
12	14224	13148	7307	7111	1612	1563	7238	6998
13	1473	1347	2697	2546	1960	1891	2243	2145
14	1813	1699	2658	2459	1793	1672	2604	2432
15	14534	12405	7303	6978	2455	2234	7640	6987
16	15770	13978	7250	7003	3607	3451	7619	7129
17	4201	4093	5601	5406	5498	5297	6719	6523
18	4445	4201	5998	5789	6076	5910	6410	6013
19	1492	1369	2306	2136	1827	1754	2191	2015
20	1294	1157	1862	1798	1397	1234	2613	2469
21	4919	4756	6476	6014	2890	2643	6324	6133
22	7157	6954	6628	6325	1022	901	6236	6032
23	2291	2033	3588	3145	2293	2005	3456	3248
24	9933	9750	6731	6523	1885	1721	4931	4758
25	6286	5987	7664	7489	7295	6987	5176	5003
26	6723	6478	7612	7254	5559	5327	7163	6970
27	7322	6890	7502	7124	6220	6023	8984	8746
28	6392	6007	7459	7124	6932	6741	8868	8632
29	5906	5702	7686	7326	3104	2978	8836	8564
30	6734	6504	7691	7457	692	555	8687	8423
31	1101	1055	1734	1568	1563	1423	1259	1200
32	931	854	1514	1487	1243	1123	801	710
33	6076	5766	7151	6548	3454	3217	7196	7003
34	6626	6324	7688	7231	6477	6023	7947	7701
35	6398	6017	7647	7359	4263	4023	7568	7345
36	6188	5896	7651	7459	4718	4259	7064	6498
37	7356	6975	7583	7348	9633	9500	9533	8975
38	8414	8014	7577	7336	4546	4250	9127	8899
39	1423	1345	1920	1852	2845	2745	976	901
40	2188	2023	2660	2487	2892	2689	2088	1920
41	13308	12589	7470	7001	6869	6523	5932	5479
42	15685	13478	7439	6998	2905	2612	6152	5974
43	6842	6546	7567	7254	2789	2632	8569	7963
44	7464	7023	7567	7433	5521	5123	10033	9123
45	7825	7215	7513	7215	2566	2321	9487	9012
46	8454	8003	7529	7321	5294	5014	9980	9347
47	9445	8945	7398	7014	2354	2167	6652	6213
48	17849	15978	7266	7123	2774	2541	7271	6974
49	5973	5523	7649	7464	2330	2112	6236	6023
50	5536	5314	7651	7336	2222	1998	6749	6410
51	5710	5547	7665	7215	1962	1756	6277	5900
52	4881	4789	7585	7124	1158	1121	5101	5002
53	2364	2136	2865	2654	2092	1896	2066	1903
54	2267	2047	2579	2389	2162	2013	1432	1347
55	5927	5789	4335	4006	1693	1456	4919	4798
56	6811	6649	4559	4113	1789	1721	4184	3994
57	7655	7315	5909	5553	3550	3354	5432	5239
58	5498	5123	4965	4557	1907	1823	4506	4369
59	10548	8974	7055	6897	3501	3347	7834	7258
60	11275	9267	7312	7111	7538	7123	7944	7641
61	13838	11789	7612	7297	2878	2774	7225	7023
62	14632	12576	7612	7333	2931	2812	7544	7129
63	21619	19764	7650	7258	2348	2245	7373	7012
64	18179	16723	7550	7254	1574	1463	6135	6000
65	12626	10278	7602	7148	3103	2900	6262	6012
66	11583	9914	7619	7316	2760	2531	5734	5514
67	9938	9562	7628	7540	2974	2888	6026	5896
68	12040	11012	7609	7201	6014	5504	5934	5501
Min.	931	950	1514	1495	692	650	801	812
Max.	21619	22060	7697	7599	9633	9599	9750	10033
sd	4773	4219	1997	1949	1875	1822	2337	2241

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	Mg _{HN} 40Ac	Mg _{Morgan} gan	Mg _{Me} h3	Mg _{AA} E10	Mg _{KDKBa} -I	Mg _{KD} KNH4-c	Mg _{NH40} Ac-AA5	Mg _{Morgan} -AAS	Mg _{Me} h3-AAS	Mg _{AAE10} -AAS	Mg _{KDKBa} -I-AAS	Mg _{KDKN} H4-c-AAS
1	324	346	640	561	538	424	315	322	635	570	522	415
2	564	519	842	1106	438	1053	550	498	830	1202	440	1025
3	267	347	442	453	200	377	250	326	440	465	223	365
4	253	349	425	536	419	379	240	319	420	540	425	370
5	254	321	444	459	341	371	245	318	445	465	350	364
6	220	358	414	510	182	347	215	348	413	505	195	333
7	94	131	223	162	81	140	90	124	220	180	99	120
8	77	115	187	138	133	104	70	109	180	140	122	92
9	281	393	463	714	219	416	270	387	460	705	201	411
10	224	346	448	544	364	347	220	332	440	532	355	334
11	231	441	584	820	305	360	225	421	575	810	309	354
12	183	431	551	785	144	275	175	420	560	765	145	285
13	350	319	511	461	355	479	325	308	522	450	346	480
14	274	270	446	368	244	437	270	256	449	356	234	444
15	412	507	823	1070	369	696	400	489	829	1100	355	680
16	342	504	768	999	515	548	320	489	777	1020	505	550
17	502	436	728	701	848	805	490	421	732	730	840	790
18	511	425	716	699	885	732	510	416	722	721	890	723
19	244	256	443	369	300	431	230	234	445	375	290	422
20	218	225	386	303	242	476	215	217	389	289	230	450
21	313	429	618	657	522	647	310	401	615	643	515	633
22	424	471	786	831	367	892	412	458	785	825	370	875
23	137	188	318	256	203	242	129	171	320	240	215	255
24	243	348	567	440	227	245	230	329	570	430	230	229
25	749	534	1012	1039	1468	709	720	517	950	1003	1403	698
26	596	519	860	935	1214	865	586	505	850	924	1300	849
27	510	520	820	867	925	995	501	514	810	850	920	990
28	485	488	784	813	1090	895	470	468	790	803	1100	888
29	411	500	737	860	624	826	400	487	745	842	630	830
30	403	486	675	877	182	781	400	472	683	833	195	790
31	338	321	582	465	516	454	335	309	590	455	510	465
32	402	331	640	515	540	468	390	319	650	503	530	452
33	478	470	815	777	454	699	471	453	823	761	444	679
34	528	482	841	841	865	761	510	463	868	854	850	754
35	542	561	979	1812	732	866	530	546	1000	1900	720	844
36	454	567	859	1899	863	725	435	550	860	1750	842	720
37	643	523	874	1112	1246	998	622	509	881	1150	1302	990
38	716	539	1006	1286	622	1052	706	521	1050	1290	630	1150
39	238	252	434	323	532	179	230	234	420	345	540	173
40	250	265	490	396	536	281	240	243	485	376	522	268
41	156	364	446	572	408	110	140	341	445	550	397	103
42	172	398	527	637	138	136	160	374	520	620	145	140
43	1157	539	1250	1361	973	1761	1050	523	1230	1400	984	1804
44	1041	522	1158	1305	1543	1685	1000	512	1160	1396	1603	1566
45	820	517	987	1525	388	1169	803	508	969	1605	377	1050
46	842	519	1029	1636	935	1242	816	506	1100	1703	923	1244
47	684	495	935	1109	470	727	663	479	940	957	461	730
48	964	518	1273	1507	977	1345	921	503	1300	1456	930	1230
49	471	490	796	1053	503	652	450	475	750	1023	550	633
50	389	454	751	961	454	551	372	445	740	956	467	523
51	287	412	578	779	245	359	250	403	560	769	244	333
52	298	423	563	861	254	325	285	413	561	870	255	301
53	157	198	356	256	223	158	145	176	345	298	219	142
54	149	166	324	223	215	87	140	154	315	235	231	99
55	333	334	734	486	256	373	320	324	745	497	244	350
56	431	345	898	587	402	463	422	333	916	574	390	478
57	310	387	773	579	505	416	297	365	780	589	515	407
58	260	322	626	499	403	261	250	317	638	505	392	256
59	298	324	666	438	257	312	288	316	670	447	240	300
60	254	314	597	397	422	260	246	302	603	376	413	255
61	753	513	1390	1114	751	989	723	499	1250	1059	764	990
62	747	510	1416	1103	835	1006	729	489	1380	1097	847	1100
63	842	527	1546	1192	1165	1280	813	512	1570	1112	1263	1200
64	811	519	1405	1118	1001	959	803	505	1450	1056	956	900
65	1109	523	1693	1467	975	1090	1059	508	1750	1590	987	1030
66	1013	517	1554	1319	1026	1028	968	502	1455	1247	1103	1011
67	316	501	1234	964	576	699	303	493	1199	932	587	657
68	731	505	1314	1121	1234	708	728	487	1298	1056	1159	750
Min.	77	115	187	138	81	87	70	109	180	140	99	92
Max.	1157	567	1693	1899	1543	1761	1059	550	1750	1900	1603	1804
sd	262	115	341	406	354	376	252	114	339	409	359	369

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	FeDTPA	FeABDTP A	FeAAE10	FeMeh3	FeHCl	CuDTPA	CuABDTP A	CuAAE10	CuMeh3	CuHCl
1	4,20	4,12	39,01	41,92	44,98	1,79	1,70	3,50	2,90	1,76
2	3,16	2,58	27,04	22,06	37,37	0,37	0,25	1,11	1,19	0,74
3	4,81	4,20	26,93	22,46	17,90	0,66	0,82	1,75	1,82	0,69
4	6,35	5,60	49,09	26,77	19,67	0,47	0,58	1,47	1,73	0,55
5	4,21	4,85	47,57	23,81	15,57	5,52	6,53	9,71	8,19	4,10
6	3,87	3,68	42,22	26,13	8,84	2,47	3,05	4,75	4,47	1,55
7	6,41	10,01	80,79	56,01	57,34	1,04	2,13	2,87	2,61	1,81
8	10,42	9,69	65,64	69,65	62,26	0,47	0,83	1,73	1,91	1,21
9	5,81	7,77	132,19	40,51	13,46	0,98	1,51	2,72	2,14	0,71
10	3,92	3,51	127,10	43,04	35,00	0,41	0,66	1,52	1,62	0,74
11	2,35	2,34	37,14	8,73	0,03	2,15	3,43	3,91	3,48	0,12
12	1,99	2,05	52,60	9,40	0,01	0,75	1,20	1,97	1,97	0,12
13	26,46	32,75	180,60	117,15	102,06	8,12	9,53	16,21	10,75	8,79
14	41,96	38,56	118,86	102,83	76,03	4,18	4,00	6,04	4,71	3,49
15	3,51	3,89	28,97	10,84	0,01	2,27	3,18	4,18	3,58	0,12
16	2,02	2,25	31,88	8,44	0,04	1,07	1,63	2,39	2,15	0,11
17	22,24	34,88	132,41	143,19	81,88	5,34	7,13	11,63	9,11	4,83
18	20,07	30,46	100,98	111,86	57,54	4,66	5,86	8,86	7,69	3,91
19	6,59	11,54	127,73	57,89	41,36	4,99	7,59	10,34	8,86	5,38
20	5,11	6,82	108,78	48,70	34,48	1,23	1,94	3,12	3,11	1,80
21	12,33	24,15	110,40	95,15	102,11	1,75	2,63	3,81	3,54	2,37
22	16,65	27,10	120,66	82,01	134,06	0,88	1,26	2,31	2,18	1,66
23	4,53	6,08	81,96	60,23	37,61	2,85	4,63	6,27	6,10	3,56
24	3,97	5,68	73,58	28,11	13,74	1,26	2,08	2,73	2,62	1,12
25	6,85	13,24	118,03	68,16	0,07	3,54	5,26	6,03	6,28	0,11
26	7,01	9,01	89,16	48,19	0,02	1,81	2,36	2,96	3,37	0,05
27	7,38	13,59	75,55	48,22	0,07	2,85	3,97	4,29	4,84	0,11
28	7,41	11,65	88,29	56,28	3,28	2,82	3,06	4,03	4,33	0,43
29	9,12	17,07	102,41	73,42	0,16	2,32	2,01	2,64	2,88	0,10
30	10,07	9,86	109,39	60,20	5,43	1,28	0,64	0,92	1,66	0,09
31	9,85	17,24	87,47	108,80	61,98	0,43	1,87	3,25	3,19	1,75
32	13,02	10,05	87,00	83,46	46,60	1,28	1,22	2,37	2,52	1,32
33	11,11	8,67	71,00	57,21	2,13	1,00	4,09	4,88	5,03	0,50
34	5,81	9,13	66,74	51,21	0,36	2,60	4,29	5,30	5,30	0,15
35	6,06	4,36	41,82	42,48	0,03	2,87	3,52	6,19	5,79	0,13
36	3,91	2,55	34,53	31,43	0,02	3,11	0,65	2,08	1,69	0,10
37	3,26	3,17	69,61	29,12	0,04	0,59	3,51	5,86	4,38	0,11
38	2,83	3,27	68,79	25,75	0,03	2,89	2,41	3,91	3,60	0,10
39	3,10	15,72	78,25	99,11	35,95	2,11	3,38	5,55	5,08	3,50
40	14,64	9,51	55,82	81,36	40,83	3,07	1,13	2,39	2,50	1,98
41	6,64	6,84	86,60	35,85	0,05	1,06	8,80	10,81	9,46	0,10
42	6,80	7,32	79,88	40,20	0,03	6,54	2,31	3,71	3,42	0,10
43	7,66	7,47	90,12	65,61	0,03	1,95	3,95	6,55	5,56	0,10
44	7,10	10,27	88,66	61,58	0,05	3,61	4,56	7,31	6,39	0,10
45	9,49	18,45	135,53	75,89	0,05	4,46	18,81	28,30	19,24	0,14
46	13,08	25,33	143,22	99,23	0,01	5,77	17,24	8,44	6,87	0,05
47	17,62	10,69	97,19	48,66	0,03	5,52	15,45	21,02	17,79	0,12
48	8,47	9,31	99,97	44,83	0,10	4,22	4,41	6,21	4,92	0,09
49	25,80	40,80	142,62	147,48	1,34	6,35	7,37	10,86	9,33	0,15
50	21,95	29,71	149,45	136,61	22,17	3,77	4,64	6,82	6,90	0,24
51	6,66	6,56	93,58	62,09	4,45	2,61	3,46	5,36	5,19	0,20
52	5,22	5,12	84,44	45,56	36,64	0,29	0,48	1,46	1,48	0,60
53	19,87	41,25	148,44	187,74	92,90	6,84	8,26	11,95	11,11	7,62
54	26,76	48,66	141,38	232,16	105,70	7,81	9,78	13,54	12,71	9,30
55	6,51	8,51	62,02	80,72	64,79	1,33	2,00	3,38	3,38	1,79
56	5,30	5,33	65,38	65,86	72,95	0,87	0,93	1,93	2,01	1,33
57	18,94	32,23	112,44	198,13	133,90	4,87	5,89	7,90	7,95	5,21
58	15,51	19,06	111,28	163,15	171,72	3,20	2,43	3,90	4,14	2,75
59	4,16	3,42	57,78	32,51	4,60	2,75	3,65	3,98	4,95	1,30
60	3,04	2,71	42,71	30,12	4,04	0,64	1,10	1,59	1,94	0,36
61	8,74	12,75	55,35	78,63	0,12	3,76	4,60	4,72	6,85	0,10
62	8,30	12,65	55,15	77,63	0,02	3,99	5,34	5,30	6,01	0,10
63	6,42	6,61	64,91	87,21	0,69	0,69	1,73	1,66	1,80	0,10
64	6,44	5,54	61,10	77,75	13,16	0,27	0,31	1,11	1,54	0,10
65	10,55	17,26	69,12	107,00	0,10	3,12	4,78	4,10	4,87	0,10
66	9,49	12,67	65,88	87,68	0,03	1,91	2,27	2,62	3,45	0,10
67	6,97	10,98	75,66	97,67	0,13	4,67	5,84	6,40	8,00	0,11
68	10,24	16,44	86,34	110,32	0,14	2,25	2,55	3,48	4,37	0,10
Min.	1,99	2,05	26,93	8,44	0,01	0,27	0,25	0,92	1,19	0,05
Max.	41,96	48,66	180,60	232,16	171,72	8,12	18,81	28,30	19,24	9,30
sd	7,36	11,05	35,03	45,69	37,72	1,96	3,69	4,71	3,55	2,08

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	ZnDTPA	ZnABDTP A	ZnAAE10	ZnMeh3	ZnHCl	MnDTPA	MnABDTP A	MnAAE10	MnMeh3	MnHCl
1	0,70	0,66	1,84	1,65	3,04	8,90	5,27	74,33	60,63	37,01
2	0,21	0,14	0,42	0,10	0,94	6,34	3,95	31,54	40,64	22,39
3	0,27	0,21	0,59	0,14	0,91	7,45	3,95	50,17	55,23	22,99
4	0,13	0,10	0,39	0,10	0,66	7,40	4,67	41,12	47,67	21,49
5	0,73	0,79	1,55	1,31	2,42	10,53	7,78	69,69	59,85	42,24
6	0,35	0,26	0,89	0,33	1,40	8,40	5,80	50,58	56,37	30,20
7	0,59	0,67	1,27	1,03	2,51	5,44	6,17	33,82	27,86	27,69
8	0,26	0,21	0,65	0,53	1,28	4,00	4,19	33,51	26,26	19,25
9	0,74	0,95	1,74	1,22	2,14	9,77	7,38	110,90	69,23	96,75
10	0,24	0,17	0,75	0,23	1,19	7,71	4,91	89,24	70,59	82,37
11	0,64	0,76	1,45	0,87	0,01	11,89	11,66	38,53	48,41	8,99
12	0,31	0,26	0,91	0,31	0,02	9,31	7,93	32,78	31,84	8,81
13	1,25	1,46	2,81	2,46	4,32	11,56	9,85	111,12	53,97	58,25
14	0,74	0,71	1,11	0,94	2,05	32,24	24,18	71,39	50,31	50,98
15	1,80	1,25	2,48	2,03	0,02	13,03	11,22	42,53	56,37	4,98
16	0,72	0,74	1,75	1,57	0,03	9,08	6,42	32,03	38,95	4,28
17	0,70	0,93	1,89	1,64	3,07	9,35	6,02	147,48	111,41	79,96
18	1,55	1,19	1,70	1,45	2,47	10,54	5,75	121,53	106,65	83,01
19	0,76	0,99	1,71	1,73	2,62	10,06	12,46	71,75	57,83	40,07
20	0,25	0,22	0,61	0,64	1,18	6,05	6,06	42,36	35,21	19,77
21	0,42	0,56	1,17	0,95	2,23	9,67	11,93	72,60	78,94	99,53
22	0,21	0,14	0,70	0,44	1,52	6,78	4,70	66,52	66,94	100,10
23	0,95	1,31	1,89	2,40	2,83	12,69	14,24	87,58	91,66	53,87
24	0,19	0,23	0,57	0,34	0,91	8,10	6,60	67,09	93,09	65,52
25	1,23	1,76	2,58	3,16	0,14	16,61	14,61	142,80	188,82	43,73
26	0,11	0,11	0,41	0,13	0,07	10,10	5,83	82,65	108,10	41,52
27	0,87	1,21	1,64	2,03	0,04	20,22	21,73	102,89	191,59	26,21
28	0,87	0,13	0,51	0,40	0,61	20,04	5,25	89,04	122,62	62,13
29	0,19	0,28	0,72	0,55	0,20	11,84	6,90	80,28	93,58	76,57
30	0,22	0,11	0,59	0,25	0,37	8,80	4,43	70,39	64,01	78,96
31	0,14	0,55	1,07	1,15	1,56	5,90	13,74	113,98	106,49	38,88
32	0,42	0,35	0,80	0,97	1,25	13,57	13,94	105,45	101,21	31,64
33	0,32	0,31	0,73	0,63	0,78	16,36	14,74	82,23	158,80	47,26
34	0,27	0,21	0,60	0,31	0,26	15,67	12,21	70,51	149,73	31,16
35	0,20	0,54	1,38	1,16	0,12	13,99	19,64	97,61	86,51	33,92
36	0,51	0,12	0,67	0,17	0,09	18,28	5,06	80,31	62,99	32,26
37	0,16	0,13	0,52	0,16	0,08	6,38	8,83	151,49	103,85	44,41
38	0,20	0,10	0,47	0,09	0,05	11,61	6,58	145,11	111,65	35,96
39	3,15	4,94	8,65	12,41	13,12	9,44	21,12	75,82	83,16	57,49
40	7,02	9,40	14,88	28,15	56,00	25,51	9,46	54,28	62,38	41,59
41	0,27	0,66	1,01	0,65	0,09	12,81	8,17	105,16	107,48	28,14
42	0,39	0,18	0,98	0,55	0,06	12,37	7,62	96,13	95,74	26,21
43	0,23	0,26	0,81	0,65	0,05	11,06	8,59	151,39	131,70	40,40
44	0,33	0,13	0,45	0,30	0,07	14,21	5,33	111,43	80,63	33,46
45	0,17	0,85	2,01	1,67	0,06	11,37	15,07	168,25	113,54	43,58
46	0,82	0,33	1,13	0,76	0,05	17,06	6,13	122,54	87,95	38,44
47	0,36	0,33	1,25	1,12	0,05	9,09	7,23	169,90	109,59	33,68
48	0,15	0,09	0,74	0,15	0,04	7,27	3,03	132,69	65,64	24,70
49	0,77	0,91	1,91	2,21	0,41	11,87	7,19	131,74	132,15	83,91
50	0,51	0,64	1,48	1,51	1,12	9,49	6,18	110,79	109,07	112,15
51	0,31	0,28	0,99	0,67	0,58	9,97	7,15	83,59	89,28	90,39
52	0,12	0,10	0,56	0,18	0,79	4,76	2,66	65,65	62,19	79,97
53	0,55	0,69	1,43	1,89	2,42	11,81	9,87	101,31	117,31	59,72
54	0,38	0,50	1,11	1,70	1,94	11,50	9,03	98,45	125,90	46,76
55	0,39	0,54	1,03	1,75	1,77	9,54	5,62	85,81	141,02	51,64
56	0,13	0,08	0,21	0,42	1,07	26,54	23,78	53,20	108,06	69,02
57	0,67	0,79	1,59	3,36	3,04	10,54	8,52	82,92	142,11	123,00
58	0,21	0,20	0,65	1,13	1,54	6,50	3,54	60,77	95,15	87,92
59	0,27	0,28	0,65	0,92	0,92	12,39	12,37	48,72	145,99	43,22
60	0,10	0,09	0,13	0,20	0,70	7,16	4,14	30,03	162,90	19,32
61	0,44	0,51	1,01	2,01	0,09	11,33	9,97	49,01	132,59	32,53
62	0,49	0,55	1,11	1,81	0,07	12,68	11,30	50,82	139,30	30,66
63	0,16	0,16	0,65	1,06	0,25	3,25	2,41	84,19	123,62	71,44
64	0,13	0,08	0,51	0,85	0,46	2,40	1,49	66,88	99,28	74,64
65	0,71	0,37	0,66	1,18	0,06	10,86	8,92	62,51	170,74	31,75
66	0,13	0,10	0,45	0,71	0,05	8,24	5,97	50,45	137,48	33,76
67	1,63	2,02	2,75	6,64	0,24	14,88	13,99	92,52	223,93	57,99
68	0,33	0,39	0,87	1,71	0,03	12,14	11,27	77,05	186,98	33,73
Min.	0,10	0,08	0,13	0,01	0,01	2,40	1,49	30,03	26,26	4,28
Max.	7,02	9,40	14,88	28,15	56,00	32,24	24,18	169,90	223,93	123,00
sd	0,93	1,27	1,99	3,68	6,89	5,20	5,05	35,42	43,58	26,85

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	B _{ICP}	B _{AH}	B _K	B _D	B _Q	SNH ₄ OAc	SKH ₂ PO ₄	SNaCl	NH ₄ OA c-S _{Spek}	KH ₂ PO ₄ -S _{Spek}	NaCl- S _{Spek}
1	3,58	3,73	3,66	3,70	3,71	84,55	31,47	49,51	24,90	72,15	70,85
2	3,12	3,25	3,19	3,22	3,24	83,35	25,91	37,71	20,50	57,65	63,00
3	1,72	1,79	1,76	1,78	1,78	103,02	39,95	38,61	23,35	61,00	59,35
4	1,67	1,74	1,71	1,72	1,73	120,81	57,30	63,96	22,40	86,85	78,80
5	1,39	1,45	1,42	1,43	1,44	68,54	27,12	48,89	25,50	44,30	61,40
6	1,34	1,40	1,37	1,38	1,39	87,73	22,49	19,20	25,25	52,25	50,10
7	0,92	0,96	0,94	0,95	0,95	47,91	22,24	16,32	23,60	47,35	48,60
8	0,75	0,78	0,77	0,77	0,78	46,61	20,52	15,02	23,45	44,65	60,15
9	1,83	1,91	1,87	1,89	1,90	93,05	30,53	27,57	21,95	40,40	59,30
10	1,78	1,85	1,82	1,83	1,84	82,09	24,07	24,87	22,15	46,05	45,23
11	3,75	3,65	3,83	3,87	3,88	70,22	15,23	23,88	22,35	37,50	60,30
12	3,15	3,28	3,21	3,25	3,26	78,42	22,39	30,95	21,90	51,25	76,85
13	1,95	2,03	1,99	2,01	2,02	42,93	20,46	63,74	24,95	59,00	139,35
14	1,50	1,56	1,53	1,55	1,60	103,12	45,66	84,45	23,35	99,85	148,30
15	5,01	5,22	5,11	5,16	5,19	92,74	31,96	27,94	21,75	50,95	72,75
16	4,09	4,26	4,17	4,22	4,24	90,33	32,00	44,71	20,55	51,15	72,65
17	7,48	7,82	7,65	7,73	7,77	96,22	31,59	30,18	22,60	57,10	82,30
18	6,53	6,82	6,70	6,75	6,79	105,02	34,89	36,18	20,80	50,65	90,50
19	2,17	2,27	2,22	2,24	2,26	40,13	24,68	32,17	24,55	60,95	69,95
20	1,73	1,81	1,77	1,79	1,80	38,35	23,13	22,75	23,55	53,80	60,33
21	3,94	4,12	4,03	4,07	4,10	85,25	45,66	97,21	23,80	106,75	113,00
22	4,80	5,02	4,91	4,96	4,99	88,56	75,66	66,33	23,95	162,95	90,15
23	1,37	1,43	1,40	1,42	1,42	90,25	30,25	77,58	22,75	65,25	97,60
24	1,04	1,20	1,06	1,08	1,08	82,12	60,23	95,25	21,50	130,85	105,70
25	2,61	2,73	2,67	2,70	2,71	85,25	20,13	80,25	24,60	46,80	102,95
26	1,84	1,92	1,88	1,90	1,91	60,25	20,13	44,56	19,65	53,20	66,80
27	2,71	2,83	2,77	2,80	2,82	40,25	22,56	45,25	21,90	40,80	62,85
28	2,88	3,01	2,94	2,98	2,99	85,25	24,56	55,69	21,20	42,45	78,10
29	1,46	1,53	1,49	1,51	1,52	80,11	40,25	69,89	20,40	82,35	89,05
30	1,21	1,27	1,24	1,25	1,26	80,54	20,15	52,36	19,15	55,65	72,35
31	0,57	0,60	0,58	0,59	0,59	85,26	19,56	30,25	22,15	52,20	53,05
32	0,43	0,45	0,44	0,45	0,45	89,99	14,45	60,25	23,00	38,40	80,35
33	1,53	1,60	1,57	1,58	1,59	80,12	20,13	40,25	19,00	46,55	63,15
34	1,30	1,36	1,33	1,35	1,35	75,25	16,23	60,25	17,55	39,20	87,65
35	1,73	1,81	1,77	1,79	1,80	76,65	20,14	34,25	21,90	42,45	57,10
36	0,93	0,97	0,95	0,96	0,97	72,23	18,59	45,25	18,55	41,45	66,70
37	2,37	2,48	2,43	2,45	2,47	75,14	55,46	70,65	20,40	120,20	119,10
38	2,29	2,40	2,34	2,37	2,38	71,23	66,11	65,23	19,95	139,65	148,90
39	0,89	0,93	0,91	0,92	0,93	89,26	20,45	75,25	21,45	51,55	95,60
40	0,73	0,76	0,75	0,76	0,76	44,56	20,13	45,25	22,95	48,40	62,70
41	0,99	1,04	1,01	1,02	1,03	75,23	19,97	62,36	19,45	50,70	84,40
42	0,94	0,98	0,96	0,97	0,98	80,23	20,49	45,25	20,55	47,70	68,20
43	1,99	2,07	2,03	2,05	2,06	85,25	22,56	90,25	21,50	42,55	110,20
44	2,18	2,27	2,22	2,25	2,26	71,23	36,99	56,23	20,20	72,60	73,15
45	2,29	2,38	2,34	2,36	2,37	70,12	45,23	70,25	21,35	79,95	90,40
46	0,56	0,58	0,57	0,58	0,58	73,39	35,47	50,25	20,10	68,75	71,00
47	1,80	1,87	1,84	1,85	1,86	79,56	22,23	60,23	20,55	41,00	81,10
48	2,05	2,13	2,09	2,11	2,12	88,89	29,68	60,21	20,50	59,10	82,10
49	2,69	2,80	2,74	2,77	2,78	90,25	22,14	50,27	23,50	43,85	70,85
50	2,03	2,11	2,07	2,09	2,10	42,56	49,69	75,25	21,55	83,95	93,35
51	1,45	1,51	1,48	1,49	1,50	90,21	99,89	75,63	22,70	162,80	145,36
52	0,90	0,94	0,92	0,93	0,93	110,23	65,32	90,25	28,65	145,69	160,87
53	0,47	0,49	0,48	0,48	0,49	98,56	30,17	76,33	28,25	73,00	137,10
54	0,45	0,47	0,46	0,46	0,47	98,79	20,19	35,41	25,65	44,00	55,05
55	1,43	1,49	1,46	1,47	1,48	80,25	28,47	75,25	21,45	62,20	98,40
56	1,59	1,65	1,62	1,64	1,65	80,25	35,47	80,25	20,95	80,10	103,60
57	3,83	4,01	3,92	3,96	3,98	78,56	97,46	64,25	23,10	162,25	132,23
58	1,94	2,03	1,98	2,01	2,02	99,65	60,28	70,26	24,05	132,85	140,17
59	2,48	2,59	2,54	2,57	2,58	46,36	21,12	33,27	23,05	58,00	75,69
60	0,91	0,95	0,93	0,94	0,95	90,21	24,12	50,25	21,75	54,10	70,65
61	5,24	5,48	5,36	5,42	5,45	40,29	20,01	50,25	20,05	58,00	70,35
62	3,26	3,41	3,33	3,37	3,39	85,25	32,58	40,79	21,70	60,15	61,30
63	1,13	1,18	1,16	1,17	1,18	78,56	22,17	40,12	18,30	40,60	52,10
64	1,02	1,07	1,04	1,06	1,06	35,25	24,15	60,28	17,20	40,55	82,60
65	2,94	3,08	3,01	3,04	3,06	80,21	28,97	40,12	19,80	59,40	64,65
66	1,97	2,06	2,02	2,04	2,05	79,99	25,69	64,23	17,95	59,15	89,40
67	4,11	4,30	4,20	4,25	4,28	79,21	40,18	64,29	21,60	92,00	87,55
68	4,48	4,69	4,58	4,63	4,66	77,77	65,12	65,25	18,75	109,75	87,80
Min.	0,43	0,45	0,44	0,45	0,46	35,25	14,45	15,02	17,20	37,50	45,23
Max.	7,48	7,82	7,65	7,73	7,77	120,81	99,89	97,21	28,65	162,95	160,87
sd	1,45	1,51	1,48	1,50	1,51	18,79	18,25	20,20	2,27	32,96	27,42

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	A-N _{ij}	A-N _{Se}	A-N _{dumas}	S-N _{ij}	S-N _{Se}	S-N _{dumas}	AP _{HNO3}	AP _{Se}	AP _{MD}	AP ₆₀₀	AP ₉₀₀
1	3,19	3,36	3,34	0,91	0,91	0,93	0,33	0,32	0,32	0,30	0,32
2	3,57	3,64	3,68	0,92	0,98	0,97	0,34	0,32	0,35	0,30	0,32
3	3,74	3,71	3,80	1,13	1,12	1,15	0,38	0,36	0,37	0,34	0,36
4	3,00	3,15	3,13	0,88	0,84	0,88	0,22	0,24	0,21	0,23	0,25
5	3,12	3,29	3,27	0,85	0,91	0,90	0,29	0,28	0,28	0,27	0,28
6	3,09	3,29	3,26	1,11	1,05	1,10	0,29	0,26	0,28	0,24	0,26
7	3,02	3,22	3,18	0,88	0,88	0,89	0,26	0,24	0,25	0,22	0,25
8	3,39	3,43	3,48	1,06	1,05	1,07	0,24	0,22	0,26	0,22	0,23
9	3,29	3,29	3,36	0,95	0,91	0,95	0,24	0,22	0,22	0,21	0,23
10	3,65	3,78	3,79	1,22	1,12	1,19	0,29	0,27	0,30	0,24	0,28
11	3,36	3,57	3,53	1,01	0,91	0,98	0,31	0,29	0,31	0,27	0,31
12	3,33	3,22	3,34	0,92	0,95	0,95	0,28	0,25	0,29	0,24	0,27
13	3,37	3,50	3,51	1,09	0,88	1,00	0,30	0,26	0,30	0,26	0,30
14	3,32	3,50	3,48	1,15	0,95	1,06	0,27	0,24	0,25	0,23	0,25
15	3,23	3,29	3,33	0,97	0,88	0,94	0,34	0,29	0,33	0,27	0,33
16	2,81	2,80	2,86	0,77	0,77	0,78	0,26	0,22	0,27	0,20	0,25
17	3,15	3,22	3,25	1,05	0,98	1,03	0,27	0,23	0,28	0,21	0,25
18	3,18	3,15	3,23	1,16	1,16	1,18	0,30	0,24	0,31	0,24	0,27
19	3,02	3,08	3,11	1,11	1,05	1,10	0,28	0,22	0,27	0,21	0,24
20	3,54	3,64	3,66	1,23	1,23	1,25	0,56	0,42	0,55	0,41	0,50
21	3,08	3,08	3,14	1,25	1,26	1,27	0,64	0,46	0,62	0,45	0,53
22	2,95	2,94	3,01	0,94	0,98	0,98	0,34	0,26	0,33	0,25	0,29
23	3,39	3,43	3,48	1,02	0,98	1,02	0,39	0,30	0,36	0,30	0,33
24	3,49	3,82	3,72	1,25	1,26	1,27	0,50	0,36	0,51	0,34	0,44
25	3,36	3,50	3,50	0,95	0,91	0,95	0,37	0,28	0,38	0,27	0,32
26	3,25	3,40	3,39	0,94	0,95	0,96	0,51	0,35	0,49	0,36	0,44
27	3,25	3,29	3,33	1,04	0,98	1,03	0,39	0,27	0,36	0,25	0,33
28	2,97	3,22	3,16	0,95	0,91	0,95	0,36	0,26	0,38	0,26	0,32
29	3,30	3,29	3,36	0,98	0,98	1,00	0,35	0,25	0,33	0,25	0,32
30	3,39	3,50	3,51	0,88	0,84	0,88	0,40	0,28	0,41	0,25	0,35
31	3,21	3,36	3,35	0,90	0,88	0,90	0,39	0,28	0,38	0,27	0,36
32	3,32	3,43	3,44	0,94	0,98	0,98	0,37	0,28	0,36	0,26	0,35
33	3,23	3,36	3,36	0,90	0,91	0,92	0,38	0,26	0,37	0,26	0,33
34	3,22	3,40	3,37	1,20	1,23	1,23	0,53	0,36	0,50	0,32	0,47
Min.	2,81	2,80	2,86	0,77	0,77	0,78	0,22	0,23	0,23	0,22	0,23
Max.	3,74	3,82	3,80	1,25	1,26	1,27	0,64	0,65	0,65	0,63	0,64
sd	0,204	0,213	0,223	0,128	0,126	0,125	0,098	0,076	0,057	0,056	0,076
Örnek	AP _{H2O}	AP _{HOA}	AP _{HCl}	AP _{HNO}	AP _{Se}	AP _{MD}	AP ₆₀₀	AP ₉₀₀	AP _{MM-HNO3}	AP _{VM-HNO3}	AP _{MM-Se}
1	0,18	0,19	0,24	0,49	0,50	0,44	0,41	0,46	0,34	0,33	0,40
2	0,16	0,17	0,20	0,45	0,44	0,39	0,38	0,42	0,35	0,34	0,34
3	0,19	0,20	0,21	0,54	0,51	0,49	0,48	0,51	0,38	0,36	0,39
4	0,11	0,12	0,15	0,28	0,26	0,27	0,24	0,27	0,26	0,26	0,27
5	0,13	0,14	0,16	0,32	0,33	0,29	0,27	0,30	0,29	0,28	0,30
6	0,11	0,12	0,15	0,31	0,32	0,28	0,27	0,29	0,28	0,27	0,28
7	0,10	0,11	0,14	0,24	0,25	0,21	0,20	0,22	0,25	0,25	0,25
8	0,09	0,10	0,12	0,15	0,14	0,14	0,13	0,14	0,25	0,23	0,23
9	0,09	0,09	0,10	0,18	0,17	0,16	0,15	0,16	0,24	0,23	0,23
10	0,12	0,12	0,13	0,28	0,26	0,24	0,23	0,26	0,28	0,27	0,28
11	0,14	0,15	0,16	0,28	0,30	0,24	0,21	0,26	0,31	0,29	0,30
12	0,12	0,13	0,14	0,19	0,17	0,23	0,14	0,17	0,28	0,27	0,27
13	0,13	0,14	0,15	0,28	0,25	0,17	0,23	0,25	0,30	0,27	0,28
14	0,10	0,11	0,12	0,18	0,22	0,15	0,13	0,16	0,27	0,25	0,26
15	0,15	0,16	0,17	0,42	0,40	0,38	0,31	0,39	0,33	0,30	0,30
16	0,11	0,12	0,13	0,19	0,20	0,17	0,15	0,19	0,25	0,24	0,23
17	0,08	0,09	0,10	0,20	0,21	0,19	0,16	0,20	0,23	0,23	0,23
18	0,09	0,10	0,12	0,20	0,18	0,24	0,13	0,26	0,30	0,25	0,24
19	0,10	0,11	0,13	0,29	0,25	0,15	0,14	0,15	0,26	0,23	0,22
20	0,08	0,12	0,18	0,63	0,62	0,50	0,45	0,58	0,50	0,44	0,44
21	0,22	0,24	0,33	0,57	0,55	0,53	0,47	0,56	0,65	0,48	0,43
22	0,27	0,29	0,30	0,27	0,24	0,24	0,20	0,24	0,35	0,26	0,26
23	0,11	0,13	0,16	0,27	0,24	0,25	0,21	0,25	0,33	0,30	0,29
24	0,12	0,19	0,24	0,56	0,58	0,50	0,43	0,54	0,42	0,37	0,35
25	0,18	0,20	0,22	0,27	0,30	0,25	0,22	0,24	0,36	0,29	0,29
26	0,12	0,16	0,23	0,45	0,44	0,41	0,38	0,40	0,46	0,38	0,36
27	0,18	0,19	0,22	0,34	0,33	0,29	0,29	0,28	0,40	0,28	0,27
28	0,12	0,18	0,19	0,33	0,31	0,32	0,28	0,32	0,36	0,26	0,26
29	0,11	0,12	0,13	0,26	0,28	0,23	0,22	0,24	0,35	0,25	0,27
30	0,11	0,13	0,16	0,26	0,29	0,24	0,21	0,24	0,36	0,28	0,29
31	0,11	0,13	0,16	0,22	0,20	0,21	0,17	0,20	0,35	0,28	0,27
32	0,11	0,13	0,14	0,23	0,21	0,21	0,19	0,23	0,37	0,27	0,29
33	0,09	0,12	0,15	0,28	0,30	0,23	0,21	0,25	0,38	0,26	0,26
34	0,09	0,14	0,19	0,52	0,50	0,47	0,42	0,48	0,47	0,37	0,36
Min.	0,09	0,08	0,08	0,15	0,15	0,14	0,14	0,15	0,23	0,23	0,22
Max.	0,33	0,30	0,30	0,63	0,60	0,62	0,61	0,62	0,65	0,65	0,65
sd	0,055	0,050	0,047	0,131	0,122	0,114	0,108	0,125	0,087	0,099	0,057

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	AP _{VM-Se}	AP _{MD-MM}	AP _{MD-VM}	AP _{600-MM}	AP _{600-VM}	AP _{900-MM}	AP _{900-VM}	SP _{MM-HNO3}	SP _{VM-HNO3}	SP _{MM-Se}	SP _{VM-Se}
1	0,32	0,29	0,30	0,37	0,32	0,32	0,29	0,55	0,51	0,51	0,44
2	0,33	0,29	0,29	0,35	0,38	0,33	0,29	0,50	0,46	0,47	0,41
3	0,36	0,34	0,33	0,38	0,37	0,36	0,34	0,60	0,55	0,58	0,51
4	0,25	0,23	0,22	0,29	0,26	0,25	0,23	0,35	0,31	0,33	0,30
5	0,28	0,26	0,25	0,30	0,29	0,28	0,26	0,37	0,31	0,33	0,31
6	0,26	0,23	0,23	0,29	0,27	0,26	0,23	0,37	0,31	0,34	0,31
7	0,24	0,22	0,22	0,26	0,25	0,24	0,22	0,28	0,24	0,26	0,24
8	0,22	0,21	0,20	0,24	0,23	0,22	0,21	0,20	0,15	0,17	0,16
9	0,22	0,20	0,20	0,23	0,23	0,22	0,20	0,22	0,18	0,19	0,17
10	0,27	0,24	0,23	0,29	0,27	0,27	0,24	0,32	0,27	0,29	0,25
11	0,28	0,26	0,23	0,32	0,30	0,28	0,26	0,32	0,26	0,29	0,26
12	0,25	0,24	0,23	0,28	0,26	0,25	0,24	0,22	0,18	0,27	0,26
13	0,26	0,25	0,24	0,30	0,28	0,26	0,25	0,32	0,26	0,20	0,19
14	0,24	0,22	0,21	0,26	0,25	0,24	0,22	0,22	0,18	0,17	0,17
15	0,30	0,27	0,25	0,33	0,30	0,30	0,27	0,46	0,40	0,42	0,39
16	0,29	0,19	0,19	0,25	0,23	0,29	0,19	0,24	0,21	0,21	0,21
17	0,22	0,22	0,20	0,26	0,23	0,22	0,22	0,23	0,19	0,19	0,20
18	0,25	0,24	0,22	0,28	0,26	0,25	0,24	0,25	0,26	0,25	0,26
19	0,24	0,21	0,19	0,26	0,23	0,24	0,21	0,30	0,17	0,19	0,18
20	0,42	0,42	0,36	0,50	0,44	0,42	0,42	0,78	0,59	0,46	0,53
21	0,46	0,44	0,40	0,53	0,48	0,46	0,44	0,60	0,58	0,56	0,58
22	0,26	0,24	0,23	0,30	0,26	0,26	0,24	0,29	0,28	0,24	0,29
23	0,29	0,30	0,27	0,32	0,29	0,29	0,30	0,75	0,27	0,24	0,28
24	0,36	0,33	0,31	0,43	0,37	0,36	0,33	0,60	0,54	0,50	0,52
25	0,28	0,27	0,25	0,35	0,28	0,28	0,27	0,29	0,28	0,25	0,29
26	0,35	0,35	0,31	0,45	0,38	0,35	0,35	0,46	0,43	0,40	0,42
27	0,27	0,26	0,24	0,35	0,28	0,27	0,26	0,35	0,34	0,30	0,33
28	0,28	0,26	0,28	0,32	0,27	0,28	0,26	0,37	0,33	0,30	0,33
29	0,24	0,25	0,24	0,30	0,26	0,24	0,25	0,27	0,26	0,23	0,26
30	0,28	0,25	0,22	0,35	0,28	0,28	0,25	0,28	0,26	0,25	0,26
31	0,28	0,26	0,24	0,35	0,29	0,28	0,26	0,26	0,22	0,22	0,23
32	0,28	0,29	0,24	0,32	0,28	0,28	0,29	0,24	0,23	0,22	0,24
33	0,26	0,26	0,24	0,35	0,27	0,26	0,26	0,30	0,27	0,23	0,26
34	0,36	0,30	0,29	0,46	0,38	0,36	0,30	0,65	0,50	0,49	0,49
Min.	0,22	0,23	0,22	0,21	0,22	0,22	0,23	0,20	0,15	0,17	0,16
Max.	0,64	0,64	0,65	0,64	0,62	0,63	0,64	0,78	0,59	0,58	0,58
sd	0,055	0,065	0,071	0,075	0,082	0,073	0,063	0,16	0,13	0,12	0,12
Örnek	SP _{MD-MM}	SP _{MD-VM}	SP _{600-MM}	SP _{600-VM}	SP _{900-MM}	SP _{900-VM}	AN _{hHNO3}	AN _{aSe}	AN _{aM}	AN _{a600}	AN _{a900}
1	0,49	0,51	0,42	0,40	0,54	0,26	728	729	730	725	720
2	0,42	0,44	0,39	0,37	0,49	0,23	176	181	185	170	171
3	0,50	0,50	0,46	0,46	0,60	0,28	1257	1231	1205	1194	1138
4	0,25	0,25	0,25	0,25	0,32	0,15	1066	1080	1093	948	940
5	0,32	0,32	0,25	0,26	0,34	0,16	146	148	150	137	130
6	0,33	0,30	0,28	0,25	0,38	0,16	124	125	125	129	135
7	0,27	0,24	0,19	0,19	0,23	0,12	186	186	185	184	180
8	0,15	0,15	0,14	0,13	0,16	0,08	169	162	155	165	161
9	0,16	0,19	0,17	0,14	0,19	0,09	109	110	110	110	111
10	0,25	0,27	0,23	0,21	0,29	0,14	111	113	115	115	116
11	0,29	0,33	0,21	0,20	0,29	0,13	159	155	150	155	150
12	0,15	0,19	0,15	0,13	0,19	0,09	189	185	180	175	170
13	0,22	0,22	0,23	0,20	0,29	0,13	462	461	460	455	453
14	0,24	0,25	0,14	0,12	0,18	0,09	120	121	122	120	122
15	0,42	0,42	0,33	0,29	0,44	0,21	120	119	118	118	120
16	0,20	0,24	0,15	0,14	0,20	0,10	120	119	118	116	115
17	0,20	0,22	0,16	0,15	0,20	0,11	128	127	125	131	135
18	0,17	0,20	0,13	0,12	0,26	0,13	81	81	80	80	82
19	0,29	0,26	0,13	0,20	0,16	0,08	292	291	290	295	292
20	0,60	0,61	0,50	0,43	0,57	0,30	172	171	170	168	165
21	0,54	0,56	0,45	0,46	0,55	0,30	149	150	150	146	150
22	0,22	0,25	0,21	0,20	0,23	0,13	226	226	225	230	225
23	0,22	0,26	0,20	0,20	0,26	0,13	71	73	75	73	75
24	0,54	0,60	0,43	0,40	0,54	0,28	1089	1087	1085	1043	1076
25	0,28	0,33	0,21	0,21	0,23	0,13	170	173	175	177	176
26	0,46	0,40	0,37	0,36	0,40	0,21	151	151	150	145	144
27	0,35	0,30	0,28	0,28	0,29	0,15	534	532	530	530	531
28	0,33	0,29	0,28	0,27	0,32	0,16	316	316	315	315	320
29	0,27	0,30	0,22	0,21	0,25	0,13	129	130	130	125	120
30	0,24	0,32	0,20	0,20	0,23	0,13	174	172	170	176	175
31	0,22	0,18	0,18	0,17	0,20	0,11	205	205	204	204	206
32	0,23	0,20	0,18	0,17	0,22	0,12	202	201	200	203	200
33	0,34	0,32	0,20	0,20	0,25	0,14	732	731	730	730	735
34	0,40	0,45	0,41	0,39	0,49	0,25	132	131	130	135	130
Min.	0,15	0,15	0,13	0,12	0,16	0,08	71	73	75	73	75
Max.	0,60	0,61	0,50	0,46	0,60	0,30	1257	1231	1205	1194	1138
sd	0,12	0,12	0,11	0,10	0,13	0,07	311	309	308	293	290

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	SN _{HN} 03	SN _{Se}	SN _{MD}	SN ₆₀₀	SN ₉₀₀	ANa/HN 03-Alev	ANa/Se- Alev	ANa/ MD- Alev	ANa/6 00- Alev	AANa/ 900- Alev
1	4215	4215	4222	4212	4215	728	731	730	725	725
2	177	175	180	178	175	176	185	181	170	170
3	5813	5815	5810	5812	5815	1257	1205	1231	1190	1190
4	772	770	770	774	770	1066	1100	1080	948	948
5	709	705	705	710	709	145	150	148	137	137
6	604	600	610	606	604	124	125	125	130	130
7	1880	1875	1885	1881	1879	186	185	190	184	184
8	317	315	320	318	315	169	155	162	165	165
9	185	180	185	189	190	110	109	110	109	109
10	186	185	184	185	190	111	115	110	115	115
11	1244	1240	1240	1241	1245	159	150	155	155	155
12	1343	1345	1345	1344	1345	189	180	185	175	175
13	2460	2455	2455	2465	2470	462	455	461	455	455
14	188	185	183	189	185	120	122	120	120	120
15	194	195	190	200	195	119	118	119	118	118
16	495	490	500	490	495	120	118	119	120	120
17	751	750	753	750	751	128	125	127	129	129
18	596	592	595	595	594	81	80	81	80	80
19	2784	2788	2785	2780	2775	292	280	291	295	295
20	668	655	665	660	655	172	170	170	168	168
21	486	490	490	485	486	148	150	150	150	150
22	1377	1350	1379	1379	1375	226	230	226	230	230
23	281	288	290	285	280	71	75	73	73	73
24	6196	6190	6175	6195	6190	1089	1090	1065	1030	1030
25	1187	1190	1190	1185	1180	170	175	173	177	177
26	1043	1030	1055	1045	1050	151	150	151	145	145
27	1485	1483	1495	1480	1483	530	535	530	530	530
28	1813	1815	1815	1820	1822	316	315	316	310	310
29	270	275	265	272	270	129	130	130	125	125
30	1423	1420	1415	1425	1422	174	170	172	176	176
31	1751	1750	1739	1755	1752	205	204	205	204	204
32	1528	1530	1525	1524	1521	202	202	201	204	204
33	5134	5132	5138	5130	5128	732	730	731	730	730
34	523	530	520	525	524	132	130	130	140	140
Min.	177	180	175	178	175	70	75	78	70	75
Max.	6196	6175	6190	6195	6190	1260	1225	1225	1202	1194
sd	1601	1599	1601	1600	1600	315	304	301	298	299
Örnek	SNa/H NO3- Alev	SNa/S e-Alev	SNa/MD- Alev	SNa/6 00- Alev	SNa/900- Alev	AK _{HNO3}	AK _{Se}	AK _{MD}	AK ₆₀₀	AK ₉₀₀
1	4215	4216	4222	4212	4214	1,13	1,48	1,10	1,10	0,92
2	180	175	181	175	175	1,06	1,34	1,05	1,02	0,86
3	5813	5815	5810	5812	5815	1,15	1,46	1,12	1,07	0,86
4	772	771	775	775	771	1,23	1,51	1,25	1,12	0,91
5	709	705	705	710	709	0,95	1,24	0,99	0,92	0,78
6	610	600	610	606	604	0,99	1,23	1,01	0,91	0,78
7	1880	1875	1880	1882	1875	1,03	1,32	0,99	0,93	0,78
8	317	314	320	318	315	1,15	1,50	1,20	1,06	0,86
9	185	180	185	189	190	1,02	1,32	1,05	0,98	0,72
10	186	185	184	186	185	1,10	1,45	1,05	1,06	0,87
11	1234	1240	1439	1241	1245	1,12	1,40	1,10	1,00	0,80
12	1343	1345	1345	1344	1345	0,97	1,24	0,95	0,92	0,73
13	2460	2454	2455	2470	2477	1,15	1,50	1,10	1,10	0,78
14	188	185	183	189	185	1,11	1,42	1,05	1,03	0,85
15	194	195	191	200	190	1,08	1,37	1,05	0,96	0,80
16	495	490	500	490	495	1,05	1,37	1,00	0,92	0,75
17	755	749	753	750	750	1,08	1,39	1,11	1,00	0,75
18	596	592	596	595	594	1,09	1,42	1,12	0,99	0,73
19	2784	2788	2785	2785	2775	0,95	1,29	1,06	0,92	0,70
20	668	654	665	660	650	1,10	1,48	0,96	1,04	0,95
21	485	490	489	485	486	1,07	1,49	1,02	1,01	0,87
22	1377	1350	1379	1375	1370	1,09	1,59	1,05	1,07	0,77
23	281	288	290	285	280	1,16	1,57	1,10	1,13	0,81
24	6196	6185	6124	6190	6195	0,96	1,29	1,06	0,88	0,63
25	1188	1190	1190	1185	1180	0,91	1,22	0,88	0,85	0,71
26	1043	1030	1055	1040	1055	1,19	1,55	1,12	1,11	0,85
27	1483	1483	1494	1480	1483	1,20	1,55	1,10	1,07	0,79
28	1813	1814	1815	1820	1827	1,15	1,48	1,11	1,48	0,79
29	270	275	265	275	275	1,16	1,52	1,21	1,52	0,81
30	1420	1420	1418	1425	1422	1,23	1,61	1,25	1,09	0,81
31	1751	1748	1739	1760	1750	1,08	1,33	1,02	0,94	0,66
32	1528	1530	1525	1524	1521	1,01	1,30	1,10	0,90	0,72
33	5130	5130	5138	5133	5125	1,17	1,56	1,10	1,12	0,81
34	523	530	522	525	520	1,03	1,37	0,99	0,90	0,86
Min.	180	175	181	175	175	0,91	0,89	0,90	0,88	0,89
Max.	6185	6185	6124	6190	6199	1,23	1,24	1,24	1,25	1,24
sd	1696	1600	1594	1600	1605	0,08	0,09	0,10	0,09	0,10

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	AK _{H2O}	AK _{H2O} c	AK _{HCl}	SK _{HNO} 3	SK _{Se}	SK _{MD}	SK ₆₀₀	SK ₉₀₀	AKHN O ₃ - Alev	AKSe- Alev
1	0,38	0,38	0,38	2,20	2,40	2,22	1,97	1,21	1,12	1,40
2	0,35	0,35	0,36	2,35	2,53	2,30	2,09	1,35	0,94	1,30
3	0,37	0,38	0,38	2,44	2,65	2,40	2,20	1,44	1,06	1,41
4	0,37	0,38	0,38	3,26	3,22	3,20	2,75	2,34	1,05	1,50
5	0,33	0,33	0,34	1,39	1,64	1,35	1,18	0,54	0,80	1,20
6	0,34	0,34	0,35	2,21	2,42	2,15	1,97	1,17	0,88	1,19
7	0,35	0,36	0,36	2,18	2,40	2,05	1,97	1,06	0,92	1,30
8	0,38	0,38	0,39	3,32	3,47	3,35	3,02	2,65	1,10	1,48
9	0,34	0,35	0,36	2,44	2,53	2,40	2,07	1,61	0,88	1,30
10	0,37	0,38	0,38	2,79	2,32	2,72	2,38	1,93	1,04	1,42
11	0,37	0,37	0,38	2,37	2,51	2,30	2,03	1,06	1,06	1,38
12	0,34	0,34	0,35	1,35	2,71	1,30	0,98	0,36	0,88	1,24
13	0,38	0,39	0,39	2,69	1,42	2,63	2,35	1,36	1,16	1,48
14	0,37	0,38	0,38	3,21	3,14	3,22	2,71	2,06	1,02	1,40
15	0,36	0,37	0,37	3,13	3,19	3,20	2,61	2,04	1,00	1,30
16	0,36	0,37	0,37	2,26	2,44	2,30	1,81	0,94	1,00	1,32
17	0,36	0,37	0,37	2,87	3,01	2,78	2,50	1,28	1,02	1,33
18	0,37	0,38	0,41	2,54	2,46	2,55	1,92	0,98	1,10	1,40
19	0,35	0,36	0,41	2,24	2,47	2,18	2,04	0,65	0,94	1,20
20	0,39	0,39	0,39	2,25	2,29	2,20	1,72	1,22	1,10	1,42
21	0,38	0,38	0,42	2,50	2,67	2,45	2,23	1,17	1,10	1,43
22	0,40	0,41	0,41	2,85	3,06	2,92	2,45	1,09	1,20	1,50
23	0,40	0,42	0,44	3,19	3,33	3,20	2,66	1,71	1,26	1,52
24	0,35	0,36	0,44	2,45	2,52	2,40	2,04	1,16	0,91	1,23
25	0,33	0,35	0,39	1,67	1,72	1,60	1,33	0,42	0,90	1,18
26	0,38	0,39	0,39	2,56	2,54	2,45	1,98	0,84	1,28	1,45
27	0,40	0,40	0,43	2,94	3,14	2,92	2,88	1,29	1,16	1,55
28	0,38	0,40	0,44	2,72	2,95	2,80	2,45	1,09	1,12	1,43
29	0,38	0,40	0,42	2,76	2,85	2,70	2,48	1,35	1,26	1,50
30	0,40	0,41	0,43	2,99	3,01	2,95	2,58	1,38	1,28	1,57
31	0,36	0,37	0,43	2,20	2,34	2,25	1,83	0,70	0,98	1,30
32	0,35	0,36	0,37	1,39	1,65	1,32	1,13	0,29	0,90	1,25
33	0,39	0,40	0,36	2,18	2,39	2,22	1,87	0,65	1,20	1,50
34	0,37	0,37	0,37	1,78	1,93	1,69	1,45	1,04	0,92	1,33
Min.	0,34	0,04	0,09	1,35	1,34	1,36	1,34	1,32	0,90	0,88
Max.	0,42	0,40	0,44	3,32	3,31	3,33	3,30	3,32	1,24	1,22
sd	0,02	0,06	0,07	0,53	0,55	0,50	0,54	0,56	0,11	0,12
Örnek	AKM D- Alev	AK60 0-Alev	AK900- Alev	SKHN O ₃ - Alev	SKSe- Alev	SKMD- Alev	SK600- Alev	SK900 -Alev		
1	1,09	1,14	1,00	2,32	2,32	2,18	2,00	1,04		
2	1,03	0,98	0,90	2,52	2,56	2,28	2,20	1,28		
3	1,10	1,04	0,85	2,36	2,68	2,32	2,32	1,40		
4	1,22	1,08	0,96	3,60	3,40	3,18	3,20	2,40		
5	0,95	0,84	0,76	1,30	1,40	1,30	1,16	0,48		
6	0,95	0,84	0,75	2,32	2,52	2,12	2,00	1,10		
7	0,95	0,86	0,76	2,42	2,32	2,03	1,96	0,94		
8	1,18	1,04	0,90	3,80	4,20	3,25	3,60	2,84		
9	1,04	0,90	0,70	2,64	2,56	2,30	2,24	1,90		
10	1,02	1,02	0,94	3,12	3,08	2,65	2,84	2,24		
11	1,05	0,98	0,80	2,56	2,48	2,20	2,24	1,04		
12	0,91	0,88	0,69	1,16	2,80	1,25	1,04	0,36		
13	1,09	1,12	0,78	3,08	1,20	2,58	2,68	1,48		
14	1,04	1,00	0,90	3,48	3,40	3,10	3,40	2,28		
15	1,02	0,90	0,82	3,36	3,60	3,11	3,40	2,20		
16	0,95	0,82	0,75	2,36	2,32	2,30	1,96	0,86		
17	1,09	0,94	0,76	3,08	3,24	2,78	3,00	1,06		
18	1,10	0,92	0,70	2,72	2,40	2,25	1,96	0,88		
19	1,03	0,90	0,70	2,28	2,44	2,02	2,04	0,60		
20	0,91	1,00	1,07	2,32	2,16	2,15	1,68	1,16		
21	0,93	0,98	0,94	2,84	2,72	2,44	2,44	1,10		
22	1,01	1,10	0,80	3,20	3,32	2,90	2,80	1,00		
23	1,02	1,12	0,85	3,48	3,44	3,18	3,40	2,08		
24	0,92	0,82	0,54	2,60	2,48	2,31	2,08	1,04		
25	0,81	0,78	0,67	1,44	1,60	1,49	1,24	0,40		
26	1,10	1,12	0,98	2,68	2,60	2,40	2,04	0,76		
27	1,05	1,10	0,94	3,36	3,24	2,90	3,48	1,30		
28	1,05	1,45	0,86	3,08	3,24	2,72	2,84	1,02		
29	1,20	1,55	0,84	3,20	3,20	2,65	3,00	1,40		
30	1,30	1,12	0,80	3,50	3,16	2,87	3,04	1,46		
31	1,04	0,90	0,60	2,20	2,24	2,18	1,80	0,62		
32	1,03	0,84	0,67	1,28	1,44	1,30	1,08	0,32		
33	1,04	1,12	0,84	2,24	2,32	2,20	1,84	0,54		
34	0,92	0,82	0,89	1,66	1,72	1,66	1,42	1,08		
Min.	0,91	0,90	0,91	1,35	1,34	1,36	1,34	1,32		
Max.	1,25	1,24	1,26	3,32	3,31	3,33	3,30	3,32		
sd	0,12	0,14	0,12	0,53	0,55	0,50	0,54	0,56		

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	ACa _{HN} O ₃	ACa _{Se}	ACa _{MD}	ACa ₆₀₀	ACa ₉₀₀	ACa _{H2O}	ACa _{HOAc}	ACa _{HC} I	SMg _{HN} O ₃	SMg _{Se}
1	0,57	0,57	0,56	0,57	0,57	0,10	0,13	0,43	2,20	2,21
2	0,59	0,60	0,59	0,59	0,59	0,11	0,13	0,44	2,35	2,35
3	0,52	0,52	0,52	0,52	0,52	0,11	0,15	0,43	2,44	2,44
4	0,51	0,51	0,53	0,51	0,51	0,13	0,16	0,44	3,26	3,25
5	0,54	0,54	0,54	0,55	0,54	0,12	0,14	0,42	1,39	1,39
6	0,55	0,55	0,55	0,55	0,56	0,12	0,15	0,43	2,21	2,21
7	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,11	0,14	0,42	2,18	2,18
8	0,62	0,61	0,62	0,62	0,62	0,10	0,12	0,42	3,32	3,30
9	0,41	0,41	0,40	0,41	0,41	0,12	0,15	0,43	2,44	2,44
10	0,59	0,59	0,59	0,59	0,59	0,11	0,14	0,44	2,79	2,79
11	0,59	0,59	0,57	0,59	0,59	0,11	0,14	0,43	2,37	2,37
12	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,14	0,18	0,43	1,35	1,35
13	0,68	0,68	0,68	0,68	0,68	0,10	0,13	0,42	2,69	2,70
14	0,64	0,64	0,64	0,63	0,65	0,10	0,12	0,42	3,21	3,21
15	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,10	0,14	0,43	3,13	3,13
16	0,48	0,48	0,46	0,48	0,48	0,15	0,18	0,42	2,26	2,26
17	0,64	0,63	0,64	0,64	0,64	0,10	0,13	0,42	2,87	2,86
18	0,46	0,46	0,46	0,45	0,47	0,10	0,14	0,41	2,54	2,54
19	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,10	0,13	0,41	2,24	2,24
20	0,60	0,60	0,61	0,60	0,60	0,12	0,16	0,43	2,25	2,26
21	0,59	0,59	0,59	0,59	0,59	0,10	0,13	0,42	2,50	2,50
22	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54	0,10	0,12	0,40	2,85	2,85
23	0,53	0,53	0,53	0,51	0,52	0,11	0,13	0,41	3,19	3,19
24	0,63	0,63	0,62	0,63	0,63	0,11	0,14	0,43	2,45	2,45
25	0,56	0,55	0,56	0,56	0,56	0,11	0,15	0,44	1,67	1,69
26	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49	0,10	0,13	0,42	2,56	2,56
27	0,52	0,52	0,51	0,51	0,52	0,11	0,13	0,44	2,94	2,94
28	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,95	0,12	0,41	2,72	2,72
29	0,45	0,45	0,45	0,45	0,47	0,10	0,12	0,45	2,76	2,76
30	0,57	0,56	0,58	0,57	0,57	0,10	0,12	0,47	2,99	2,99
31	0,57	0,57	0,57	0,59	0,57	0,11	0,14	0,48	2,20	2,21
32	0,62	0,63	0,62	0,62	0,62	0,11	0,14	0,99	1,39	1,39
33	0,55	0,55	0,55	0,53	0,55	0,10	0,13	0,30	2,18	2,18
34	0,62	0,62	0,62	0,62	0,63	0,11	0,14	0,23	1,78	1,79
Min.	0,91	0,91	0,90	0,91	0,91	0,10	0,12	0,23	1,35	1,34
Max.	1,23	1,24	1,24	1,24	1,24	0,95	0,18	0,99	3,32	3,33
sd	0,08	0,09	0,10	0,07	0,08	0,14	0,01	0,11	0,53	0,55
Örnek	SMg _M D	SMg ₆₀ O	SMg ₉₀₀	AMg _H NO ₃	AMg _{Se}	AMg _{MD}	AMg ₆₀₀	AMg ₉₀ O	AMg _H 2O	AMg _H OAc
1	2,21	2,20	2,21	0,57	0,57	0,56	0,57	0,56	0,15	0,17
2	2,35	2,35	2,35	0,59	0,60	0,59	0,58	0,58	0,15	0,17
3	2,44	2,44	2,44	0,52	0,52	0,53	0,52	0,52	0,14	0,16
4	3,26	3,25	3,24	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51	0,15	0,16
5	1,39	1,39	1,39	0,54	0,54	0,53	0,54	0,54	0,14	0,16
6	2,21	2,20	2,21	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,14	0,16
7	2,17	2,18	2,18	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,17	0,18
8	3,32	3,32	3,33	0,62	0,64	0,63	0,62	0,62	0,16	0,17
9	2,44	2,44	2,44	0,41	0,41	0,41	0,40	0,40	0,13	0,14
10	2,79	2,79	2,80	0,59	0,59	0,58	0,59	0,59	0,16	0,17
11	2,37	2,38	2,37	0,59	0,59	0,59	0,59	0,58	0,16	0,17
12	1,35	1,35	1,35	0,55	0,56	0,55	0,55	0,55	0,15	0,16
13	2,70	2,69	2,69	0,68	0,68	0,69	0,68	0,68	0,17	0,19
14	3,21	3,21	3,21	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,17	0,18
15	3,13	3,15	3,13	0,72	0,72	0,72	0,71	0,70	0,18	0,19
16	2,26	2,26	2,26	0,48	0,50	0,48	0,48	0,48	0,15	0,16
17	2,87	2,87	2,88	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,16	0,18
18	2,54	2,54	2,54	0,46	0,46	0,45	0,46	0,46	0,13	0,14
19	2,23	2,23	2,24	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,17	0,18
20	2,25	2,25	2,25	0,60	0,62	0,60	0,59	0,59	0,16	0,17
21	2,50	2,50	2,51	0,59	0,59	0,60	0,59	0,59	0,16	0,17
22	2,85	2,85	2,85	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54	0,16	0,16
23	3,18	3,20	3,19	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,16	0,16
24	2,45	2,45	2,45	0,63	0,63	0,62	0,62	0,61	0,16	0,17
25	1,67	1,66	1,69	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,15	0,17
26	2,56	2,56	2,56	0,49	0,50	0,50	0,49	0,49	0,14	0,15
27	2,94	2,94	2,93	0,52	0,52	0,52	0,52	0,51	0,15	0,16
28	2,71	2,71	2,72	0,70	0,72	0,69	0,70	0,70	0,18	0,19
29	2,76	2,76	2,76	0,45	0,45	0,45	0,44	0,43	0,13	0,14
30	2,98	3,00	2,99	0,57	0,57	0,58	0,57	0,57	0,16	0,16
31	2,20	2,20	2,21	0,57	0,57	0,57	0,56	0,55	0,15	0,16
32	1,40	1,39	1,37	0,62	0,63	0,62	0,62	0,62	0,16	0,17
33	2,18	2,18	2,19	0,55	0,55	0,55	0,55	0,54	0,15	0,16
34	1,78	1,78	1,79	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,16	0,18
Min.	1,33	1,34	1,36	0,41	0,43	0,41	0,40	0,39	0,13	0,14
Max.	2,45	2,45	2,44	0,73	0,76	0,74	0,75	0,75	0,18	0,19
sd	0,65	0,45	0,59	0,07	0,08	0,06	0,08	0,09	0,01	0,01

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	AMg _{HCl}	AF _{eHN} ₀₃	AF _{eSe}	AF _{eMD}	AF _{e600}	AF _{e900}	AF _{eHOAc}	AF _{eHCl}					
1	0,17	265,82	266,35	266,09	265,29	265,02	2,57	50,02					
2	0,16	377,39	378,14	377,77	376,64	376,26	2,34	63,71					
3	0,16	374,57	375,32	374,94	373,82	373,45	2,59	49,68					
4	0,16	254,91	255,42	255,16	254,40	254,15	2,49	45,74					
5	0,16	243,77	244,26	244,01	243,28	243,04	3,12	44,31					
6	0,16	262,54	263,07	262,80	262,01	261,75	3,31	41,30					
7	0,18	300,10	300,70	300,40	299,50	299,20	3,05	50,27					
8	0,17	225,07	225,52	225,30	224,62	224,39	2,36	46,56					
9	0,14	217,45	217,88	217,67	217,02	216,80	2,58	40,18					
10	0,16	333,98	334,65	334,31	333,31	332,98	3,23	45,09					
11	0,17	467,97	468,91	468,44	467,03	466,57	2,46	68,65					
12	0,16	365,19	365,92	365,56	364,46	364,09	1,77	39,16					
13	0,17	425,38	426,23	425,81	424,53	424,10	3,23	72,02					
14	0,17	220,17	220,61	220,39	219,73	219,51	2,92	37,37					
15	0,18	187,20	186,36	187,66	186,12	186,65	3,24	41,75					
16	0,16	330,80	331,46	331,13	330,14	329,81	2,19	44,48					
17	0,15	199,73	200,13	199,93	199,33	199,13	2,18	30,10					
18	0,17	211,58	212,00	211,79	211,16	210,95	1,92	35,91					
19	0,15	359,93	360,65	360,29	359,21	358,85	2,77	31,01					
20	0,18	311,69	312,31	312,00	311,07	310,75	2,56	43,12					
21	0,17	319,06	319,70	319,38	318,42	318,10	2,98	33,81					
22	0,17	254,46	254,97	254,71	253,95	253,70	2,52	47,84					
23	0,17	293,46	294,05	293,75	292,87	292,58	3,53	38,95					
24	0,17	416,27	417,10	416,69	415,44	415,02	2,92	45,53					
25	0,17	545,57	546,66	546,12	544,48	543,93	3,61	39,95					
26	0,17	465,33	466,26	465,80	464,40	463,93	2,26	54,53					
27	0,16	553,81	554,92	554,36	552,70	552,15	7,53	51,08					
28	0,16	493,56	494,55	494,05	492,57	492,08	3,86	62,20					
29	0,18	898,00	899,12	898,56	894,11	896,15	6,35	47,51					
30	0,15	356,69	357,40	357,05	355,98	355,62	3,31	95,95					
31	0,16	217,76	218,20	217,98	217,32	217,11	1,81	50,31					
32	0,14	390,51	391,29	390,90	389,73	389,34	2,98	41,30					
33	0,14	248,28	248,78	248,53	247,78	247,54	3,16	41,57					
34	0,13	230,43	230,89	230,66	229,97	229,74	2,24	28,91					
Min.	0,13	187,20	186,36	187,66	186,12	186,65	1,77	28,91					
Max.	0,18	898,00	899,12	898,56	894,11	896,15	7,53	95,95					
sd	0,01	140,60	135,42	141,14	139,56	139,66	1,13	13,20					
Örnek	SFe _{HNO3}	SFe _{Se}	SFe _{MD}	SFe ₆₀₀	SFe ₉₀₀	ACu _{HNO3}	ACu _{Se}	ACu _{MD}	ACu ₆₀₀	ACu ₉₀₀	ACu _{HOAc}	ACu _{HCl}	
1	32,15	32,15	32,15	32,14	32,15	21,56	21,56	21,56	21,56	21,56	3,22	12,17	
2	34,68	34,69	34,68	34,68	34,68	39,39	39,39	39,39	39,39	39,39	6,66	24,71	
3	30,02	30,02	30,03	30,02	30,01	18,06	18,06	18,06	18,06	18,06	2,73	9,38	
4	45,33	45,33	45,33	45,33	45,33	2740,20	2740,10	2740,20	2740,1	2740,2	277,33	1696,5	
5	33,60	33,60	33,60	33,61	33,60	1456,30	1456,30	1456,30	1456,3	1456,3	148,09	960,06	
6	28,64	28,64	28,64	28,64	28,65	1013,50	1013,50	1013,50	1013,5	1013,5	79,64	543,21	
7	35,68	35,68	35,68	35,68	35,68	1858,40	1858,40	1858,40	1858,4	1857,4	173,95	1224,4	
8	28,51	28,52	28,53	28,50	28,51	32,26	32,26	32,26	32,26	32,20	3,99	14,81	
9	17,08	17,08	17,08	17,08	17,08	953,92	953,92	953,92	953,82	953,92	102,75	610,44	
10	25,41	25,41	25,41	25,41	25,41	1188,00	1188,00	1188,00	1188,0	1188,0	120,98	678,58	
11	61,02	61,02	61,02	61,02	61,02	265,07	265,07	265,07	265,07	265,07	34,42	146,32	
12	40,25	40,25	40,25	40,25	40,25	1169,90	1169,90	1169,90	1169,9	1169,9	155,14	833,11	
13	59,43	59,43	59,43	59,44	59,43	44,39	44,40	44,39	44,40	44,36	4,85	13,65	
14	24,70	24,71	24,70	24,70	24,70	703,15	703,15	703,15	703,15	703,15	100,26	508,40	
15	14,13	14,13	14,14	14,13	14,13	455,20	455,20	455,20	455,20	455,20	57,79	284,88	
16	30,61	30,61	30,61	30,61	30,61	3672,10	3695,1	3672,10	3672,1	3672,1	380,27	224,45	
17	19,28	19,28	19,28	19,28	19,28	28,06	28,06	28,06	28,06	28,06	8,03	22,71	
18	19,08	19,08	19,08	19,08	19,08	19,96	19,95	19,96	19,96	19,96	3,16	28,05	
19	15,75	15,74	15,75	15,75	15,75	501,86	501,86	501,86	501,86	501,86	72,01	11,31	
20	33,74	33,74	33,75	33,74	33,74	1971,80	1971,80	1971,80	1971,8	1971,8	207,56	340,96	
21	31,81	31,81	31,81	31,81	31,81	30,09	30,09	30,09	30,12	30,09	9,57	1200,7	
22	26,93	26,93	26,93	26,93	26,93	200,81	200,81	200,81	200,81	200,81	34,68	27,93	
23	27,84	27,84	27,84	27,84	27,83	196,08	196,08	196,08	196,08	196,08	34,90	152,35	
24	31,99	31,99	31,98	31,98	31,99	920,11	920,11	920,11	920,11	920,11	146,58	148,80	
25	49,58	49,58	49,58	49,58	49,58	370,49	370,50	370,49	370,49	370,49	25,27	697,47	
26	40,22	40,22	40,22	40,22	40,20	256,24	256,24	256,24	256,24	256,24	38,20	205,19	
27	44,00	44,00	44,00	44,00	44,00	582,18	582,18	582,18	582,18	582,18	53,06	176,75	
28	45,54	45,54	45,54	45,54	45,54	136,76	136,76	136,76	136,70	136,66	22,57	300,54	
29	118,16	118,96	118,25	119,12	118,78	124,54	124,54	124,54	124,54	124,54	14,25	97,73	
30	29,75	29,75	29,75	29,75	29,75	14,58	14,58	14,58	14,58	14,58	2,11	74,14	
31	12,76	11,99	12,79	12,82	12,88	13,65	12,65	12,99	13,21	13,45	2,59	5,82	
32	19,30	19,30	19,30	19,30	19,30	463,41	463,41	463,41	463,41	463,41	58,80	9,43	
33	32,21	32,21	32,21	32,21	32,21	17,61	17,61	17,61	17,61	17,61	3,66	347,62	
34	24,72	24,72	24,72	24,72	24,72	14,33	14,33	14,33	14,33	14,33	0,65	13,74	
Min.	12,76	11,99	12,79	12,82	12,88	13,65	12,65	12,99	13,21	13,45	0,65	5,82	
Max.	118,16	118,96	118,25	119,12	118,78	3672,1	3695,1	3656,5	3610,1	3655,4	380,27	1696,5	
sd	18,84	17,96	18,14	19,12	18,96	858,7	854,15	856,48	859,36	851,25	88,33	424,14	

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	SCu _{HN} 03	SCu _{Se}	SCu _{MD}	SCu ₆₀₀	SCu ₉₀₀		
1	9,45	9,44	9,46	9,45	9,44		
2	7,98	7,98	7,98	7,98	7,98		
3	9,83	9,83	9,83	9,83	9,83		
4	231,44	231,42	231,44	231,45	231,42		
5	164,82	164,82	164,82	164,82	164,82		
6	116,20	116,20	116,21	116,20	116,18		
7	200,02	200,02	200,02	200,02	200,02		
8	14,89	14,89	14,89	14,89	14,89		
9	117,60	117,61	117,60	117,60	117,59		
10	146,05	146,05	146,05	146,05	146,09		
11	64,01	64,01	64,01	64,01	64,01		
12	136,08	136,08	136,09	136,08	136,08		
13	17,43	17,43	17,43	17,42	17,43		
14	97,13	97,13	97,13	97,13	97,13		
15	54,52	54,52	54,52	54,52	54,52		
16	401,46	400,11	402,15	400,01	402,33		
17	15,12	15,12	15,12	15,12	15,12		
18	15,06	15,06	15,06	15,05	15,06		
19	14,08	14,08	14,08	14,08	14,08		
20	219,34	219,34	219,34	219,34	219,34		
21	8,22	8,22	8,22	8,22	8,22		
22	40,74	40,74	40,74	40,74	40,74		
23	22,55	22,55	22,55	22,55	22,55		
24	108,03	108,03	108,03	108,01	108,03		
25	57,42	57,41	57,42	57,42	57,46		
26	39,32	39,32	39,32	39,32	39,32		
27	68,37	68,37	68,37	68,37	68,37		
28	20,26	20,26	20,26	20,26	20,24		
29	26,84	26,84	26,84	26,84	26,84		
30	7,99	7,99	7,99	8,00	7,99		
31	7,35	7,20	7,29	7,32	7,31		
32	58,18	58,18	58,18	58,18	58,18		
33	9,35	9,35	9,34	9,35	9,35		
34	10,62	10,62	10,62	10,65	10,62		
Min.	7,35	7,22	7,29	7,32	7,33		
Max.	401,46	400,11	402,15	400,01	402,33		
sd	87,73	88,12	87,96	88,01	88,12		
Örnek	AZ _{HN} 03	AZ _{Se}	AZ _{MD}	AZ _{n600}	AZ _{n900}	AZ _{nHOAc}	AZ _{nHCl}
1	41,72	41,72	41,71	41,71	41,71	13,21	32,24
2	53,71	53,70	53,70	53,70	53,69	16,13	37,37
3	37,95	37,95	37,93	37,93	37,93	10,45	26,11
4	38,59	38,59	38,59	38,59	38,59	11,40	27,73
5	30,66	30,66	30,66	30,65	30,63	8,45	21,11
6	65,31	65,31	65,31	65,31	65,31	12,79	35,00
7	34,33	34,32	34,32	34,32	34,32	9,61	22,93
8	96,69	96,69	96,69	96,69	96,70	26,41	66,53
9	29,82	29,82	29,82	29,82	29,82	8,22	20,31
10	25,64	25,64	25,64	25,62	25,62	7,05	17,93
11	258,85	258,85	258,85	258,85	258,85	82,10	158,67
12	17,36	16,96	16,87	17,12	17,56	4,85	12,31
13	204,72	204,71	204,71	204,71	204,71	36,66	122,55
14	22,08	22,08	22,07	22,07	22,07	6,28	15,10
15	86,80	86,80	86,80	86,80	86,80	21,61	48,32
16	23,78	23,77	23,77	23,77	23,77	7,51	2,34
17	28,02	28,02	28,02	28,02	28,02	8,05	15,30
18	76,85	76,85	76,85	76,85	76,85	19,41	18,51
19	29,03	29,03	29,03	29,03	29,03	8,16	49,24
20	407,77	407,76	407,76	407,76	407,76	101,98	18,76
21	42,37	42,37	42,37	42,37	42,37	11,91	200,68
22	31,73	31,73	31,71	31,71	31,71	9,63	27,75
23	23,32	23,32	23,32	23,32	23,32	6,53	21,20
24	32,17	31,17	31,17	31,19	31,21	7,64	14,70
25	51,02	51,02	51,02	51,02	51,02	12,73	19,58
26	113,60	113,60	113,60	113,60	113,60	22,68	33,50
27	444,34	445,12	444,96	443,67	442,69	47,41	59,52
28	53,50	53,50	53,50	53,50	53,50	13,94	136,13
29	107,40	107,45	107,45	107,45	107,45	19,55	32,18
30	188,13	188,13	188,13	188,13	188,11	31,86	54,91
31	25,70	25,72	25,70	25,70	25,70	6,03	98,72
32	38,77	38,77	38,77	38,78	38,78	9,78	14,55
33	108,07	108,07	108,06	108,06	108,10	27,23	21,16
34	371,04	371,04	371,04	371,04	371,04	53,40	50,85
Min.	17,36	16,96	16,87	17,12	17,54	4,85	2,34
Max.	444,34	445,12	444,96	443,67	442,69	101,98	200,68
sd	113,64	112,87	111,54	113,56	110,12	21,70	45,67

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	SZ _{nHN} O ₃	SZ _{nSe}	SZ _{nMD}	SZ _{n600}	SZ _{n900}		
1	32,92	33,14	32,92	31,52	9,80		
2	28,32	31,33	28,32	28,04	9,92		
3	27,01	28,32	27,01	25,59	9,87		
4	33,25	36,11	33,25	30,61	21,12		
5	31,77	32,41	31,77	28,82	13,24		
6	31,96	35,54	31,96	29,80	11,91		
7	42,47	42,94	42,47	37,22	14,56		
8	29,48	31,09	29,48	28,48	17,97		
9	29,12	29,48	29,12	26,82	17,07		
10	15,50	15,23	15,50	14,64	9,62		
11	70,91	70,12	71,15	69,45	68,96		
12	9,93	41,86	9,56	9,99	9,56		
13	42,81	9,69	42,81	40,06	15,16		
14	19,41	18,69	19,41	15,80	10,47		
15	26,82	30,31	26,82	22,13	11,69		
16	23,70	25,28	23,70	22,27	9,99		
17	25,46	25,89	25,46	22,35	10,20		
18	25,55	29,11	25,55	21,04	10,58		
19	29,17	26,15	29,17	21,25	10,28		
20	59,86	58,85	59,86	53,33	10,47		
21	10,94	12,07	10,94	10,60	10,17		
22	30,27	27,88	30,27	25,48	16,55		
23	11,99	11,59	11,99	10,39	15,69		
24	27,71	31,88	27,71	23,37	9,86		
25	26,66	24,61	26,66	21,25	9,84		
26	33,77	35,95	33,77	32,50	9,73		
27	59,18	59,16	59,18	55,29	16,42		
28	24,11	29,07	24,11	24,09	10,48		
29	28,70	29,95	28,70	27,89	10,98		
30	50,61	55,42	50,61	48,81	18,69		
31	15,50	17,30	15,50	15,27	10,99		
32	25,78	27,77	25,78	23,89	14,24		
33	29,77	32,91	29,77	27,20	13,47		
34	49,39	54,75	49,39	48,91	33,01		
Min.	9,93	9,69	9,56	9,99	9,56		
Max.	70,91	70,12	71,15	69,45	68,96		
sd	13,85	12,36	13,57	12,97	13,08		
Örnek	AM _{nH} NO ₃	AM _{nSe}	AM _{nMD}	AM _{n600}	AM _{n900}	AM _{nHOAc}	AM _{nHCl}
1	111,48	114,14	97,44	107,70	114,14	49,60	84,06
2	115,40	113,85	98,17	108,20	113,85	50,80	81,00
3	109,72	107,29	95,24	104,09	107,29	44,25	71,65
4	84,64	79,42	69,67	79,91	79,42	38,03	58,43
5	154,28	160,63	133,98	154,80	160,63	70,69	108,63
6	70,96	64,86	55,47	65,74	64,86	27,68	45,97
7	37,84	36,15	36,13	36,55	37,01	15,64	25,93
8	52,86	49,23	43,01	51,04	49,23	19,71	37,43
9	72,45	67,09	57,19	69,13	67,09	28,72	49,19
10	105,92	101,13	81,61	103,37	101,13	40,40	69,55
11	79,74	73,83	60,38	78,74	73,83	25,87	42,59
12	159,28	157,09	134,88	167,10	157,09	77,57	115,90
13	124,93	111,42	100,34	124,12	111,42	37,66	66,14
14	76,90	67,24	59,89	74,83	67,24	30,15	51,74
15	77,76	68,53	54,96	73,67	68,53	32,48	48,55
16	74,69	65,73	52,91	73,77	65,73	35,21	52,86
17	58,23	48,18	41,86	52,80	48,18	22,12	29,41
18	96,71	78,23	65,58	88,47	78,23	35,25	35,36
19	55,35	46,63	39,81	51,93	46,63	20,69	59,17
20	121,22	97,40	85,11	109,71	97,40	48,07	32,87
21	139,00	109,72	92,97	123,10	109,72	50,42	73,45
22	58,21	44,71	38,41	51,31	44,71	21,75	77,46
23	57,59	45,76	42,69	52,60	45,76	20,21	36,78
24	186,50	188,15	187,12	186,99	186,12	67,88	35,68
25	64,53	51,89	44,90	59,24	51,89	23,25	111,51
26	130,67	103,22	88,62	121,74	103,22	44,68	39,50
27	96,17	82,87	70,36	99,72	82,87	35,98	76,67
28	183,53	148,81	148,81	176,82	148,81	45,00	62,85
29	52,64	43,44	43,44	51,52	43,44	15,31	73,09
30	168,00	139,00	110,00	164,52	139,00	57,03	29,95
31	80,84	69,11	58,85	85,04	69,11	29,98	98,02
32	142,20	119,69	100,15	143,45	119,69	53,53	48,94
33	133,97	111,40	94,97	135,87	111,40	46,87	75,08
34	136,12	111,81	87,14	135,33	111,81	52,59	64,10
Min.	37,84	36,15	36,13	36,55	37,01	15,31	25,93
Max.	186,50	188,15	187,12	186,99	186,12	77,57	115,90
sd	40,77	41,22	40,99	39,28	42,31	15,87	24,27

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	SM _{N_HN} ₀₃	SM _{N_{Se}}	SM _{N_{MD}}	SM _{N₆₀₀}	SM _{N₉₀₀}					
1	30,38	30,82	30,39	27,40	30,97					
2	35,29	36,65	35,29	32,49	37,18					
3	20,69	21,79	20,70	19,48	21,68					
4	29,35	31,88	29,35	26,26	33,16					
5	82,79	85,09	82,79	72,42	84,40					
6	19,55	21,14	19,55	18,34	21,78					
7	8,08	8,02	8,08	8,15	7,98					
8	15,29	16,04	15,29	14,05	17,91					
9	18,98	20,34	18,99	17,83	21,22					
10	29,42	29,01	29,42	25,94	30,22					
11	10,43	10,46	10,43	14,80	52,42					
12	68,15	15,45	68,15	83,65	82,56					
13	15,54	82,01	15,54	19,57	57,81					
14	38,69	39,15	38,69	38,68	114,05					
15	24,03	24,99	24,02	30,39	85,41					
16	18,67	19,78	18,67	28,94	56,56					
17	17,20	16,72	17,20	24,10	74,88					
18	16,92	25,70	16,92	15,62	47,91					
19	24,39	11,82	24,37	15,48	12,41					
20	36,81	38,97	36,81	35,41	52,85					
21	33,14	32,97	33,14	34,94	48,77					
22	12,69	12,87	12,69	21,03	61,34					
23	20,41	18,98	20,41	19,81	70,10					
24	47,90	51,20	47,91	45,37	74,78					
25	11,85	12,72	11,85	15,96	23,16					
26	25,39	29,94	25,39	33,45	54,36					
27	18,03	19,46	18,03	17,40	46,73					
28	21,19	24,26	21,19	27,09	55,99					
29	10,83	10,81	10,83	16,92	47,94					
30	31,57	33,86	31,58	41,02	78,26					
31	17,96	18,49	17,96	24,11	48,69					
32	30,62	33,36	30,59	32,65	43,81					
33	44,53	46,50	44,53	44,14	81,30					
34	40,31	42,60	40,31	40,31	48,74					
Min.	8,08	8,02	7,94	8,15	7,98					
Max.	82,79	82,01	83,25	83,65	82,56					
sd	15,96	16,01	15,46	15,75	15,15					
Örnek	AB _{HNO₃}	AB _{Se}	AB _{MD}	AB ₆₀₀	AB ₉₀₀	SB _{HNO3}	SB _{Se}	SB _{MD}	SB ₆₀₀	SB ₉₀₀
1	69,74	117,50	69,74	72,62	100,10	168,12	167,56	167,99	168,55	168,69
2	75,67	103,37	75,67	73,05	92,16	109,92	115,23	111,08	105,46	90,25
3	96,37	149,44	96,37	106,04	142,82	107,06	110,47	107,85	97,30	72,24
4	65,27	79,77	65,27	62,38	63,83	82,54	88,56	83,49	102,85	84,40
5	69,87	90,96	69,86	61,50	81,09	77,78	79,56	80,10	70,25	67,02
6	59,87	84,63	59,89	65,84	84,09	110,32	114,25	109,70	114,56	78,55
7	69,13	90,50	69,13	60,49	88,72	77,15	79,57	76,06	88,17	60,11
8	66,59	77,92	66,57	63,35	91,58	99,01	84,61	99,08	90,25	71,99
9	65,73	72,56	65,73	57,76	62,70	67,31	60,97	65,49	62,35	70,56
10	66,45	75,46	66,45	51,28	73,59	76,78	67,61	73,95	72,54	69,33
11	109,83	124,28	109,83	102,47	125,53	83,18	73,51	82,89	89,15	72,78
12	78,53	84,42	78,53	70,65	76,78	62,69	58,32	65,17	69,68	64,12
13	108,00	134,28	108,00	114,29	129,42	64,99	48,98	65,08	61,41	54,23
14	95,32	98,45	95,32	90,56	107,71	80,82	78,25	81,66	78,99	71,52
15	77,98	72,49	77,98	62,35	71,27	71,85	77,29	73,09	68,88	78,61
16	69,06	69,60	69,04	86,66	74,69	72,44	71,88	76,17	88,29	66,98
17	92,54	87,85	92,54	80,53	94,94	106,21	111,88	103,94	102,33	103,53
18	76,82	71,76	76,82	68,97	80,13	89,85	96,19	88,99	100,08	86,14
19	85,32	67,49	85,32	59,36	58,66	108,29	136,90	106,63	97,87	133,17
20	80,29	68,89	80,29	71,78	83,62	121,50	141,61	118,63	115,68	116,66
21	60,60	74,47	60,60	71,95	129,84	104,50	85,04	96,93	88,02	49,77
22	58,21	53,17	58,21	59,58	65,54	69,91	76,54	73,39	73,22	62,09
23	64,91	58,21	64,90	58,56	77,62	88,98	99,22	87,96	103,95	74,41
24	58,52	51,80	58,52	89,96	72,73	71,29	80,54	75,54	83,50	57,36
25	91,12	93,40	91,12	91,94	109,38	80,23	78,27	81,02	79,51	66,84
26	91,39	86,15	91,39	79,75	97,19	65,88	69,89	62,94	75,50	61,95
27	90,52	80,39	90,52	68,12	94,49	52,08	58,64	53,19	69,21	49,89
28	122,09	119,95	122,09	65,40	227,25	76,65	78,02	74,54	70,21	41,18
29	205,81	170,58	205,82	62,90	237,35	97,94	118,17	95,78	88,88	84,93
30	129,33	104,66	129,33	72,74	147,06	71,78	88,70	70,09	65,33	63,13
31	86,69	89,65	86,69	80,95	108,50	50,22	48,56	52,92	53,78	49,06
32	83,27	98,54	83,27	82,43	100,90	49,61	41,92	49,13	49,22	49,94
33	180,89	220,56	180,89	224,20	273,49	93,54	75,13	96,34	90,65	61,87
34	240,17	239,61	240,55	241,26	242,06	111,36	90,63	113,49	110,24	93,57
Min.	58,21	57,66	57,89	57,76	58,66	49,61	48,98	49,13	49,22	49,06
Max.	240,17	239,61	240,55	241,26	242,06	168,12	167,56	167,69	168,55	168,69
sd	41,42	40,12	41,24	39,99	40,28	23,90	24,06	23,79	24,55	24,62

Ek Çizelge 1. (devam)

Örnek	AS _{HNO3}	AS _{-180C}	AS _{-180C}	SS _{HNO3}	SS _{-180C}	SS _{-180C}
1	4432	4431	3900	2717	2672	2083
2	3260	3245	2856	3096	3044	2374
3	4551	4650	4092	3427	3370	2628
4	4496	4495	3956	5580	5524	4496
5	4931	4931	4339	2678	2634	2053
6	4193	4193	3690	3322	3266	2547
7	4618	4721	4154	2477	2436	1899
8	4250	4255	3740	2323	2284	1781
9	4205	4205	3700	3130	3077	2399
10	6719	6719	5913	3043	2992	2333
11	4506	4598	4046	2486	2445	1906
12	4506	4506	3965	1973	1940	1512
13	4893	4893	4306	2501	2459	1917
14	7494	7494	6595	1805	1775	1384
15	12101	12005	9715	4205	4135	3224
16	5520	5520	4858	3605	3545	2764
17	4589	5592	4918	2838	2791	2176
18	4030	4030	3546	2352	2313	1803
19	4946	4946	4352	2630	2587	2017
20	3809	4578	4029	5395	5305	4136
21	9715	9717	8549	3917	3852	3003
22	3622	3622	3187	4397	4324	3371
23	3360	3360	2957	4373	4300	3352
24	3478	5490	4830	4094	4026	3139
25	3789	3789	3334	4133	4064	3168
26	5292	5292	4657	2664	2620	2042
27	3498	3498	3078	4306	4234	3301
28	4844	4845	4263	3062	3011	2348
29	4432	4432	3900	1291	1270	990
30	3387	3387	2612	2198	2162	1685
31	3551	3551	3125	1090	1080	876
32	4496	4489	3956	2342	2303	1796
33	3931	3931	3459	2741	2695	2101
34	4193	4245	3690	3485	3427	2672
Min.	3260	3245	2612	1090	1080	876
Max.	12101	12005	9715	5580	5524	4496
sd	1790	1702	1454	985	972	794

Ek Çizelge 2.

pH (Kalibrasyon pH 4-7-10; 1431 µS/cm)		
Analiz Türü	Cihaz Modeli	Elektrot Modeli
pH Tayini	inoLab® 720	Sentix® 81
EC Tayini	inoLab® 720	Tetracon® 325 S

Dumas ve Kjeldahl		
Cihaz Adı	Cihaz Modeli	Yöntem
CN Cihazı	Vario Max CN	TCD
Yuvalı Yakma Ünitesi	Gerhardt Kjeldatherm TR	Isıtma / Termostatik
Destilasyon Cihazı	Gerhardt Vapodest 20	Destilasyon (H ₂ O)

NO ₃ -N ve HN ₄ -N Tayini		
Cihaz Adı	Cihaz Modeli	Yöntem
Çalkalama Cihazı	Selecta / Rotabit	Mekanik
Su Banyosu	FALC-WB/U6	Isıtma / Termostatik
Etüv	Memmert UM 400	Isıtma / Termostatik
Spektrofotometre (UV/Vis.)	Lambda 25 UV/VIS	Absorbans (540, 420, 210 nm)

Alev Fotometresi Tayin Koşulları

Element	Kullanılan Gaz Karışımı	Belirleme Sıcaklığı (°C)	Filtre (nm)	Sinyal Belirleme Tekniği
Na	C ₃ H ₈ +Hava	1500-2000	589	Fotodedektör
K	C ₃ H ₈ +Hava	1500-2000	766	Fotodedektör
Ca	C ₃ H ₈ +Hava	1500-2000	622	Fotodedektör

Alev Fotometresi Tayin Koşulları

Element	Ekstraksiyon Yöntemi	Standart Seri Aralığı (mg/l)	Standart Adedi	Katılan Element ve Derişimi
Na	NH ₄ OAc	1-25	5	K: 20 mg/l, Ca: 300 mg/l, Mg: 40 mg/l
	AB-DTPA	1-100	7	K: 100 mg/l
	Morgan	1-50	7	K: 65 mg/l, Ca: 400 mg/l, Mg: 80 mg/l
	Mehlich 3	1-25	5	K: 30 mg/l, Ca: 600 mg/l, Mg: 70 mg/l
	AAE10	1-30	6	K: 50 mg/l, Ca: 600 mg/l, Mg: 70 mg/l
	KDK _{Ba-1}	1-20	5	K: 15 mg/l, Ca: 80 mg/l, Mg: 15 mg/l
	KDK _{NH4-c}	1-40	6	K: 60 mg/l, Ca: 600 mg/l, Mg: 60 mg/l

Ek Çizelge 2 (Devam)

Alev Fotometresi Tayin Koşulları				
Belirlenen Element	Ekstraksiyon Yöntemi	Standart Seri Aralığı (mg/l ^t)	Standart Adedi	Katılan Element ve Derişimi
K	NH ₄ OAc	1-70	6	Na: 5 mg/l ^t , Ca: 300 mg/l ^t , Mg: 40 mg/l ^t
	AB-DTPA	1-60* ⁹¹	6	Na: 1 mg/l ^t ⁹²
	Morgan	1-40*	6	Na: 2,5 mg/l ^t , Ca: 100 mg/l ^t , Mg: 20 mg/l ^t [#]
	Mehlich 3	1-70	7	Na: 5 mg/l ^t , Ca: 600 mg/l ^t , Mg: 70 mg/l ^t
	AAE10	1-110	7	Na: 5 mg/l ^t , Ca: 600 mg/l ^t , Mg: 70 mg/l ^t [#]
	Çifte Laktat	1-60	6	-
	Ca-Laktat	1-100	7	Na: 5 mg/l ^t
	KDK _{Ba-1}	1-40	6	Na: 3 mg/l ^t , Ca: 80 mg/l ^t , Mg: 15 mg/l ^t
	KDK _{NH4-c}	1-40*	6	Na: 4 mg/l ^t , Ca: 150 mg/l ^t , Mg: 15 mg/l ^t [#]

Alev Fotometresi Tayin Koşulları				
Belirlenen Element	Ekstraksiyon Yöntemi	Standart Seri Aralığı (mg/l ^t)	Standart Adedi	Katılan Element ve Derişimi
Ca	NH ₄ OAc	25-100	5	Na: 5 mg/l ^t , K: 20 mg/l ^t , Mg: 40 mg/l ^t
	Morgan	25-100	5	Na: 10 mg/l ^t , K: 60 mg/l ^t , Mg: 80 mg/l ^t
	Mehlich 3	25-250 ⁹³	7	Na: 1 mg/l ^t , K: 5 mg/l ^t , Mg: 15 mg/l ^t ; (sf=5) K: 3 mg/l ^t , Mg: 5 mg/l ^t ; (sf=10)
	AAE10	25-250	7	Na: 5 mg/l ^t , K: 40 mg/l ^t , Mg: 70 mg/l ^t
	KDK _{Ba-1}	25-250	7	Na: 5 mg/l ^t , K: 10 mg/l ^t , Mg: 15 mg/l ^t
	KDK _{NH4-c}	25-250 ⁹⁴	7	Na: 10 mg/l ^t , K: 50 mg/l ^t , Mg: 60 mg/l ^t , Na: 2 mg/l ^t , K: 10 mg/l ^t , Mg: 7,5 mg/l ^t ; (sf=5)

⁹¹ “*” Ekstraksiyon yöntemlerinin sonucunda elde edilen ekstraksiyon çözeltileri 4 kez seyreltilerek alev fotometresi kullanılarak K içerikleri nicel olarak belirlenmiştir.

⁹² “#” Örnek matrisi içerisinde bulunan Na, Ca ve Mg içerikleri seyreltme oranına göre katılmıştır.

⁹³ Örnekler içerdikleri Ca miktarlarına bağlı olarak standart serilerin derişim değerleri sınırlarında bulunmaları için ayrıca 5 ve 10 kez seyreltilerek belirlenmeler gerçekleştirilmiştir.

⁹⁴ Örnekler içerdikleri Ca miktarlarına bağlı olarak standart serilerin derişim değerleri sınırlarında bulunmaları için ayrıca 5 kez seyreltilerek belirlenmeler gerçekleştirilmiştir.

Ek Çizelge 2 (Devam)

Alevli-AAS Tayin Koşulları					
Metot Özellikleri	Elementler				
	Mg	Fe	Cu	Zn	Mn
Wavelength (nm)	285,21	248,33	324,75	213,86	279,48
Slit (nm)	2,7/1,05	1,8/1,35	2,7/0,8	2,7/1,8	1,8/0,6
Lamp Typ	HCL	HCL	HCL	HCL	HCL
Signal Type	AA	AA	AA	AA	AA
Linear to (mg/lt)	0,5	5	5	1	2
Measurement	Time Average	Time Average	Time Average	Time Average	Time Average
Reed Time (sec)	5	5	5	5	5
Reed Delay Time (sec)	5	5	5	5	5
Replicate	3	3	3	3	3
Oxidant	Air	Air	Air	Air	Air
Oxidant Flow (L/min)	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
C ₂ H ₂ Flow (L/min)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Calibration Equation	LTZ ⁹⁵	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ
Precision Check	QC Samples ⁹⁶	QC Samples	QC Samples	QC Samples	QC Samples

⁹⁵ Linear Through Zero: Kalibrasyon grafiğinin sıfırdan geçmeye zorlanması opsiyonudur.

⁹⁶ AAS belirlemelerinde numune okumaları arasında gerçekleştirilen, standart çözeltiden veya CRM kullanılarak elde edilen her iki durumda da içerdiği element içeriği bilinen ve 10 numune okumasında bir örnek olarak okutulan okuma sonrasında gerçek değerden $\pm 5\%$ oranında sapılması durumunda standart kalibrasyon eğrisinin reslope edilmesi veya yeniden oluşturulması gibi eylemlerin gerçekleştirilmesine yarayan ölçümlerin kalitesini ve güvenilirliğinin yüksek olmasını sağlayan örneklerdir. Bu çalışmada her iki QC şeklide kullanılmıştır.

Ek Çizelge 2 (Devam)

ICP-OES Tayin Koşulları						
Metot Özellikleri	Elementler					
	P	K	Ca	Mg	Ba	Na
Wavelength (nm)	213,617	766,490	317,933	285,213	233,527	589,592
Pref. Order	1	1	1	1	1	1
Purge Gaz (Spectral)	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal
Reed Time (sec)	2-5	2-5	2-5	2-5	2-5	2-5
Reed Delay Time (sec)	10	10	10	10	10	10
Replicates	3	3	3	3	3	3
Measure by	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate
Source Equ. Delay (sec)	10	10	10	10	10	10
Monitor Neb. Back Pres. (%)	10	10	10	10	10	10
Plazma Conditions	VbA ⁹⁷	VbA	VbA	VbA	VbA	VbA
Plazma Power (watts)	1200	1200	1200	1200	1200	1200
Plazma View	Axial	Radial	Radial	Radial	Radial	Radial
Plazma Gas Flow (L/min)	11	11	11	11	11	11
Auxiliary Gas Flow (L/min)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Nebulizer Gas Flow	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Nubulizer/Spray Camber	G/C ⁹⁸	G/C	G/C	G/C	G/C	G/C
Sample Flow Rate (mL/min)	1,5	1,00	1,00	1,00	1,00	0,75
Flush Time (sec)	40	40	40	40	40	40
Autosampler Wash	SRinse ⁹⁹	SRinse	SRinse	SRinse	SRinse	SRinse
Calibration Equation	LTZ ¹⁰⁰	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ
Processing (7)	PA ¹⁰¹	PA	PA	PA	PA	PA
Checks	QC	QC	QC	QC	QC	QC

⁹⁷ Vary by Analyte: Aynı metot içerisinde belirlenen elementlere ait metot koşullarının birbirinden farklı olarak ayarlanmış olduğunu göstermektedir.

⁹⁸ Nebulizer: Glass Concentric (Meinhard tipte) ve Spray Chamber ise Cyclonic Spray tipte kullanılmıştır.

⁹⁹ SRinse: Smart Rins özelliği olup bir örnek okuması sonrasında gerçekleştirilen yıkama sonrasında otomatik örnekleyicinin yıkama konumundayken metotta ilgili element için verilen derişimin altına düşüldüğü zaman bir sonraki numuneye geçmeyi ayarlayan aksi durumda cary over olmasının önlemek amacıyla yıkamaya devam etmeyi sağlayan özellik.

¹⁰⁰ Linear Through Zero: Kalibrasyon grafiğinin sıfırdan geçmeye zorlanması opsiyonudur.

¹⁰¹ Analit spektrumlarının oluşumu sonrasında meydana gelen analit piklerinin alanları hesaplanarak hesaplama yapılmıştır. Birimi CPS olarak ifade edilmektedir.

Ek Çizelge 2 (Devam)

ICP-OES Tayin Koşulları (Devam)						
Metot Özellikleri	Elementler					
	Fe	Cu	Zn	Mn	B	S
Wavelength (nm)	238,204	327,393	206,200	257,610	249,677	181,975
Pref. Order	1	1	1	1	1	1
Purge Gaz (Spectral)	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal
Reed Time (sec)	2-5	2-5	2-5	2-5	2-5	2-5
Reed Delay Time (sec)	10	10	10	10	10	10
Replicates	3	3	3	3	3	3
Measure by	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate	Replicate
Source Equ. Delay (sec)	10	10	10	10	10	10
Monitor Neb. Back Pres. (%)	10	10	10	10	10	10
Plazma Conditions	VbA	VbA	VbA	VbA	VbA	VbA
Plazma Power (watts)	1200	1200	1200	1200	1200	1200
Plazma View	Axial	Axial	Axial	Axial	Axial	Axial
Plazma Gas Flow (L/min)	11	11	11	11	11	11
Auxiliary Gas Flow (L/min)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,45
Nebulizer Gas Flow	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,55
Nebulizer/Spray Camber	G/C	G/C	G/C	G/C	G/C	G/C
Sample Flow Rate (mL/min)	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,75
Flush Time (sec)	40	40	40	40	60	40
Autosampler Wash	SRinse	SRinse	SRinse	SRinse	SRinse	SRinse
Calibration Equation	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ	LTZ
Processing (7)	PA	PA	PA	PA	PA	PA
Checks	QC	QC	QC	QC	QC	QC

ICP-OES Tayin Koşulları (Devam)		
İnternal Standart Uygulaması	Y ¹⁰²	In ¹⁰³
Wavelength (nm)	371,029	230,606
İnternal Standart Options	As a percent	As a percent
İnternal Standart Limits (Check Lower) %	95	95
İnternal Standart Limits (Check Upper) %	105	105
Action (Lower Limit)	Alarm and Pause	Alarm and Pause
Action (Upper Limit)	Alarm and Pause	Alarm and Pause

Spektrofotometre Tayin Koşulları	
Metot Parametresi	Değer
Küvet Tipi	Kuvars (10 X 10 mm)
Okuma Modu	Absorbans
Spectral Bandwidth	1 nm
Reed Time (sec)	5
Standartlar	5-7 nokta

¹⁰² Y elementi Na, K, Ca, Mg ve Ba elementlerinin belirlenmesinde internal standart olarak kullanılmıştır.

¹⁰³ In elementi ise Fe, Cu, Zn, Mn, P, B ve S elementlerinin belirlenmesi sırasında internal standart olarak kullanılmıştır.

Ek Çizelge 2 (Devam)

Mikro Dalga Sistemi Yakma Programı Ayarları						
Step	T (°C)	P (bar)	Ramp	Time	Power (%)	Vessel
1	100	40	1	10	75	DAP-100+
2	175	40	1	15	90	
3	50	0	1	15	0	

Bozundurma Yöntemlerinde Kullanılan Ekipmanlar		
Cihaz Adı	Cihaz Modeli	Yöntem
Isıtıcı Tabla	Gerhardt / H 43	Isıtma / Termostatik
Mikro Dalga Cihazı	Berghof / MWS 3	Mikro Dalga Enerjisi
Kül Fırını	Protherm / PFL 110/8	Isıtma / Termostatik

Azot Tayininde Kullanılan Ekipmanlar		
Cihaz Adı	Cihaz Modeli	Yöntem
Yakma Bloğu	Gerhardt / Kjeldatherm-TR	Isıtma / Termostatik
Isıtıcı Tabla	Gerhardt / H 43	Isıtma / Termostatik
Destilasyon Ünitesi	Gerhardt / VAP 20	Buhar Jeneratörlü Destilasyon
Dumas Cihazı	Elementer / vario MAX CN	Piroliz / Kromatografik / TCD

Bitki Örneklerinin Tayininde Kullanılan Standart Seriler					
Metotlar	Standart Seriler (mg/l)				
	1. STD	2. STD	3. STD	4. STD	5. STD
A-P _{ICP}	5	10	20	40	80
S-P _{ICP}	5	10	20	40	80
A-P _{Spek-MM}	0,25	0,50	0,75	1,00	1,50
S- P _{Spek-MM}	0,25	0,50	0,75	1,00	1,50
A- P _{Spek-VM}	5	10	20	40	80
S- P _{Spek-VM}	5	10	20	40	80

Ek Çizelge 2 (Devam)

Bitki Örneklerinin Tayininde Kullanılan Standart Seriler (mg/lt)							
Metotlar	1. STD	2. STD	3. STD	4. STD	5. STD	6. STD	7. STD
A-Na _{ICP}	0,25	1	2,5	5	7,5	10	15
S-Na _{ICP}	0,5	1	5	20	35	50	75
A-Na _{Alev}	0,25	1	2,5	5	7,5	10	15
S- Na _{Alev}	0,5	1	5	20	35	50	75
A-K _{ICP}	50	70	90	110	120	140	-
S-K _{ICP}	100	150	200	250	300	350	-
A-K _{Alev}	10	20	40	80	100	130	150
S- K _{Alev}	5	10	15	25	35	40	-
A-Ca _{ICP}	50	75	100	125	150	-	-
S-Ca _{ICP}	50	100	125	175	225	275	350
A-Ca _{Alev}	25	50	75	100	125	150	-
S- Ca _{Alev}	5	10	15	25	35	40	-
A-Mg _{ICP}	10	20	40	60	80	100	-
S-Mg _{ICP}	10	20	40	60	80	100	150
A-Mg _{AAS}	0,1	0,2	0,6	0,8	1	-	-
S- Mg _{AAS}	0,2	0,4	0,8	1	1,2	1,4	1,6

Bitki Örneklerinin Tayininde Kullanılan Standart Seriler (mg/lt)							
Metotlar	1. STD	2. STD	3. STD	4. STD	5. STD	6. STD	7. STD
A-Fe _{ICP}	0,5	1	5	25	50	75	100
S-Fe _{ICP}	0,25	0,50	1	2,5	7,5	10	15
A-Cu _{ICP}	0,01	0,1	1	10	20	30	40
S-Cu _{ICP}	0,05	0,1	0,5	1	2	3	4
A-Zn _{ICP}	0,1	0,5	1	2	3	4	5
S-Zn _{ICP}	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1	-
A-Mn _{ICP}	0,1	0,2	0,5	1	1,5	2	-
S-Mn _{ICP}	0,05	0,1	0,25	0,5	0,75	1	1,25
A-Fe _{AAS}	0,5	1	1,5	2	2,5	3	4
S- Fe _{AAS}	0,25	0,5	0,75	1	1,25	1,50	-
A-Cu _{AAS}	0,25	0,50	0,75	1	2	3	4
S- Cu _{AAS}	0,25	0,50	0,75	1	2	3	4
A-Zn _{AAS}	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1	-
S- Zn _{AAS}	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1	-
A-Mn _{AAS}	0,1	0,2	0,5	1	1,5	2	-
S- Mn _{AAS}	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1	1,20



ÖZGEÇMİŞ

İlkokul, orta okul ve lise öğrenimini Almanya’da tamamladı. 1996 yılında E. Ü. Ziraat Fakültesi Toprak Bölümünden mezun oldu. 1997-2000 yılında E. Ü. Ziraat Fakültesi ve U. Ü. Ziraat Fakültesi Toprak Bölümlerinde Araştırma Görevlisi olarak görev yaptı. 2000-2013 yılları arasında Manisa Tarım İl Müdürlüğü Vali Ecemiş, Tarımsal Analiz, Manisa Gıda Kontrol laboratuvarında mühendis, şef, laboratuvar sorumlusu olarak farklı kademe ve görevlerde görev yaptı. 2013-2019 Ege Ormancılık Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü Bünyesinde bulunan ICP-Forests Laboratuvarında mühendis, konu uzmanı ve ulusal laboratuvar sorumlusu olarak görev yaptı. 2019 yılından günümüze İzmir Zirai Karantina Müdürlüğü emrinde İnspektör olarak görevine devam etmektedir.

