

TOPRAKTA JİPS: TANIMLAMA, ANALİZ VE DEĞERLENDİRME



DOÇ. DR. GÜLAY KARAHAN
PROF. DR. SABİT ERŞAHİN

Genel Yayın Yönetmeni / Editor in Chief • C. Cansın Selin Temana

Kapak & İç Tasarım / Cover & Interior Design • Serüven Yayınevi

Birinci Basım / First Edition • © Aralık 2025

ISBN • 978-625-8682-35-9

© copyright

Bu kitabın yayın hakkı Serüven Yayınevi'ne aittir.

Kaynak gösterilmeden alıntı yapılamaz, izin almadan hiçbir yolla çoğaltılamaz.

The right to publish this book belongs to Serüven Publishing. Citation can not be shown without the source, reproduced in any way without permission.

Serüven Yayınevi / Serüven Publishing

Türkiye Adres / Turkey Address: Kızılay Mah. Fevzi Çakmak 1. Sokak

Ümit Apt No: 22/A Çankaya/ANKARA

Telefon / Phone: 05437675765

web: www.seruyenyayinevi.com

e-mail: seruyenyayinevi@gmail.com

Baskı & Cilt / Printing & Volume

Sertifika / Certificate No: 42488

TOPRAKTA JİPS: TANIMLAMA, ANALİZ VE DEĞERLENDİRME

DOÇ. DR. GÜLAY KARAHAN¹
PROF. DR. SABİT ERŞAHİN²

1 Doç. Dr. Gülay KARAHAN, Çankırı Karatekin Üniversitesi, Orman Fakültesi,
Peyzaj Mimarlığı Bölümü, Orcid: [org/0000-0003-1285-6546](https://orcid.org/0000-0003-1285-6546)

2 Prof. Dr. Sabit ERŞAHİN, Iğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi,
Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bölümü, Orcid: orcid.org/0000-0003-2463-7893

İÇİNDEKİLER

ÖN SÖZ	7
1.GİRİŞ	9
2. TOPRAKTA JİPS BELİRLEME YÖNTEMLERİ	14
2. 1. Jipsin arazide tanımlanması ve içeriğinin tahmin edilmesi.....	15
2. 1.1. Jipsin arazide morfolojik olarak tanımlanması.....	15
2.1.2. Kalitatif kimyasal test	20
2. 1.3. Isıtma yöntemi ile jips tayini	21
2.1.4. Boyama yöntemi.....	22
3. LABORATUVAR YÖNTEMLERİ	23
3.1. Jips içeren toprakların analize hazırlanması	23
3.2. Islak kimyasal yöntemler	24
3.2.1. Aseton yöntemi	24
3.2.2. İyon kromatografisi ile sülfat tayini	29
3.3. Termogrametrik yöntemler	32
3.4. X-Işınları Kırılması tekniği	34
3.5. Jips minerallerinin toprakta oryantasyonu esas alan yöntemler.....	35
3.5.1. Mikromorfolojik yaklaşım	35
3.5.2. Dijital görüntü işleme yöntemi.....	38
4. TOPRAKTA JİPS ANALİZİNİ KONU ALAN ÇALIŞMALAR	38
5. JİPSLİ TOPRAKLARIN ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR	45
5.1. Jipsli toprak örneklerinin fırında kurutulması.....	45
5.2. Jipsin parçacık boyutu analizine etkisi	45
5.2.1. Amonyum oksalat ile jipsin uzaklaştırılması.....	46
5.2.2. Hidroklorik asit ile jips giderimi.....	47

5.2.3. BaCl ₂ ile ön işlem ve jipsin BaSO ₄ ile kaplanması.....	47
5.2.4. Toprağın BaCl ₂ çözeltisi ve etanol ile ön işlemi.....	48
5.2.5. BaCl ₂ çözeltisi ile ön işlem.....	48
5.3. Jips çalışmalarında kullanılan yöntemlerin kritiği.....	49
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	52

ÖN SÖZ

Jipsli topraklar, kurak ve yarı kurak bölgelerde geniş alanlara yayılmış olmalarına karşın, toprak bilimi literatüründe gerek tanımlanmaları gerekse analitik olarak değerlendirilmesi bakımından uzun yıllar boyunca sınırlı ilgi gören toprak gruplarından biri olmuştur. Bunun başlıca nedenleri arasında, jipsin toprak bünyesinde farklı morfolojik formlarda bulunabilmesi, heterojen dağılım göstermesi ve özellikle miktarının güvenilir biçimde belirlenmesine yönelik kullanılan yöntemlerin uygulamada önemli güçlükler içermesi yer almaktadır. Bu durum, jipsli toprakların fiziksel, kimyasal ve hidrolojik özelliklerinin yeterince anlaşılmasını zorlaştırmış; tarımsal kullanım, arazi yönetimi ve mühendislik uygulamalarında çeşitli belirsizliklere neden olmuştur

Bu kitabın hazırlanmasındaki temel amaç, jipsli topraklarda jipsin tanımlanması ve miktarının belirlenmesine yönelik geliştirilen arazi ve laboratuvar yöntemlerini bütüncül, sistematik ve eleştirel bir bakış açısıyla bir araya getirmektir. Yıllar içerisinde farklı araştırmacılar tarafından önerilen yöntemlerin her biri, belirli koşullar altında yararlı sonuçlar üretmiş; ancak aynı zamanda doğruluk, zaman, maliyet ve uzmanlık gereksinimi açısından çeşitli sınırlamalar da barındırmıştır. Çalışmalarımız ve kapsamlı literatür incelemelerimiz sırasında, bu yöntemlerin çoğunun ya yüksek teknik uzmanlık gerektirdiği ya da pratik uygulamalarda erişilebilirlik açısından kısıtlayıcı olduğu görülmüştür.

Bu eser kapsamında, jipsli toprakların arazide tanımlanmasından laboratuvar analizlerine; klasik ıslak kimyasal yöntemlerden termogravimetrik ve mineralojik tekniklere kadar geniş bir yöntem yelpazesi ayrıntılı biçimde ele alınmıştır. Yöntemlerin yalnızca kuramsal temelleri değil, aynı zamanda uygulama aşamalarında karşılaşılan sorunlar, olası hata kaynakları ve literatürde belirtilen eleştiriler de değerlendirilmiştir. Amacımız, okuyucuya tek bir “en iyi yöntem” sunmaktan ziyade, farklı jipsli toprak koşullarında hangi yöntemin hangi gerekçelerle tercih edilebileceğine dair yol gösterici bir çerçeve oluşturmaktır.

Jipsli toprakların daha iyi anlaşılmasının, bu toprakların sınıflandırma sistemleri içerisindeki yerinin daha net belirlenmesine ve sürdürülebilir arazi kullanım stratejilerinin geliştirilmesine önemli katkılar sağlayacağına inanıyoruz. Bu bağlamda, kitabın; toprak bilimi alanında çalışan araştırmacılar için bir referans kaynağı olarak kullanışlı olmasını dileriz.

macılar, lisans ve lisansüstü öğrenciler ile arazi ve laboratuvar uygulamalarında görev alan uzmanlar için güvenilir ve pratik bir başvuru kaynağı olması hedeflenmiştir.

Bu çalışmanın, jipsli topraklara yönelik gelecekte yapılacak araştırmalara bilimsel bir temel oluşturmasını ve alandaki bilgi birikiminin gelişimine katkı sunmasını temenni ediyoruz.

Doç. Dr. Gülay KARAHAN

Prof. Dr. Sabit ERŞAHİN

1. GİRİŞ

Jips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dünyada en yaygın sülfat minerallerinden biridir ve jeolojik tortular ve toprakların bir bileşeni olarak bulunur. Toprakta eser miktarda bulunabilir veya jipsli, hiperjipsli veya petrogipsli horizonlara sahip topraklarda olduğu gibi toprak sistemine hakim olabilir. Belirli bir miktar veya oranın üzerinde, toprağın özelliklerini kontrol eder ve tarımsal ve mühendislik özellikleri üzerinde olumsuz etkilere neden olabilir (Eswaran & Zi-Tong, 1991).

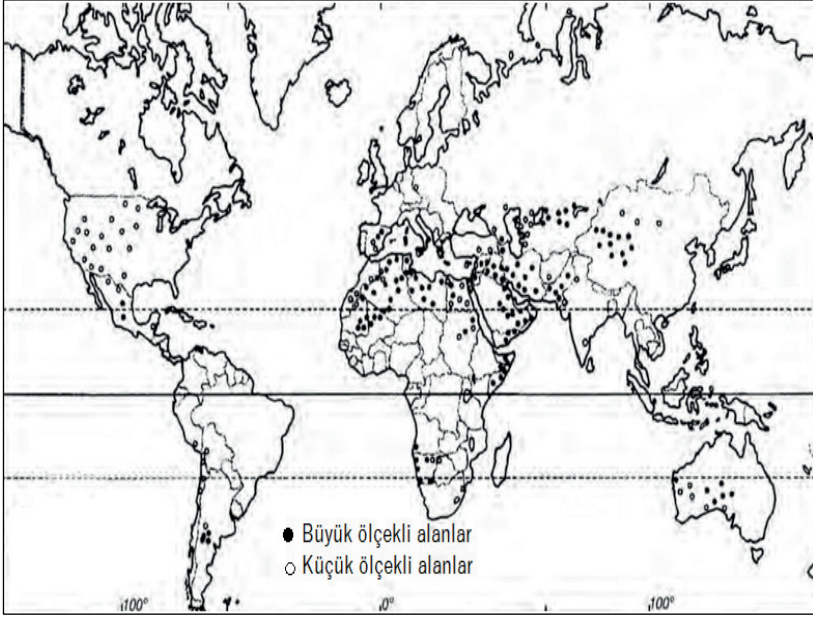
Jipsli toprakların dünya üzerindeki dağılımı ağırlıklı olarak kurak ve yarı kurak iklim kuşaklarında yoğunlaşmaktadır. Yapılan erken ve kapsamlı çalışmalar, jipsli toprakların başlıca dağılım bölgelerini Kuzey ve Doğu Afrika, Güney Avrupa, Güney ve Kuzey Amerika ile Güneybatı Asya olarak ortaya koymuştur. Söz konusu bölgelerde jipsli toprakların yayılım alanları, morfolojik özellikleri ve sınıflandırılmasına yönelik çok sayıda çalışma yürütülmüş; bu toprakların tanımlanması ve haritalanmasına ilişkin temel veriler rapor edilmiştir (Riba & Macau, 1962; Nettleton et al., 1982; Romero, 1985; Alphen & Ríos, 1991; Eswaran & Zi-Tong, 1991).

Jipsli topraklar, özellikle Kuzey Afrika, Orta Doğu ve İspanya gibi kurak ve yarı kurak bölgelerde, gerek yerel halk gerekse erken dönem toprak bilimcileri tarafından kolaylıkla ayırt edilebilen ve tanınan toprak tipleri arasında yer almaktadır. Jips kayaçlarının dünya genelindeki yayılımı ile jipsin yarı çözünür kimyasal yapısı, bu toprakların oluşum ve sürekliliğinin büyük ölçüde kurak iklim koşullarıyla sınırlı kalmasına neden olmuştur (Şekil 1 ve 2). Bununla birlikte, bazı pedojenik ya da tortul kökenli jips kristallerinin iri boyutlara ulaşabilmesi, özellikle bitki örtüsünün zayıf olduğu çıplak toprak yüzeylerinde rüzgâr erozyonu yoluyla taşınmalarına imkân tanımakta ve böylece jipsli materyalin yerel ölçekte yeniden dağılımına katkı sağlamaktadır (Herrero & Boixadera, 2017).

Jipsin, yarı kurak ve kurak bölgelerde yaygın bir toprak bileşeni olarak bulunması, düşük çözünürlüğünden kaynaklanmaktadır. Düşük bir çözünürlüğe sahip olan jips, bu özelliğine rağmen çözünebilir ve iyonları toprak içinde yer değiştirebilir. Bununla birlikte, Ca^{+2} ve SO_4^{-2} 'ın daha fazla çökmesi, toprakta merceksi jips oluşumuna neden olmaktadır (Şekil 3). Kurak bölgelerde yağışın düşük olması da jipsin topraktan yıkanmasını engellemektedir (Porta, 1998).



Şekil 1. Yaklaşık 10 milyon yıl öncesine ait eski arazi yüzeyini kaplayan kalın (3-4 m) jipsli toprak tabakaları ve jipsli toprakla kaplanan eski toprak yüzeyleri. Pampa de Tana (Şili) (SRC, 2010).



Şekil 2. Dünyada jipsli toprakların dağılımı (Herrero & Boixadera, 2017)

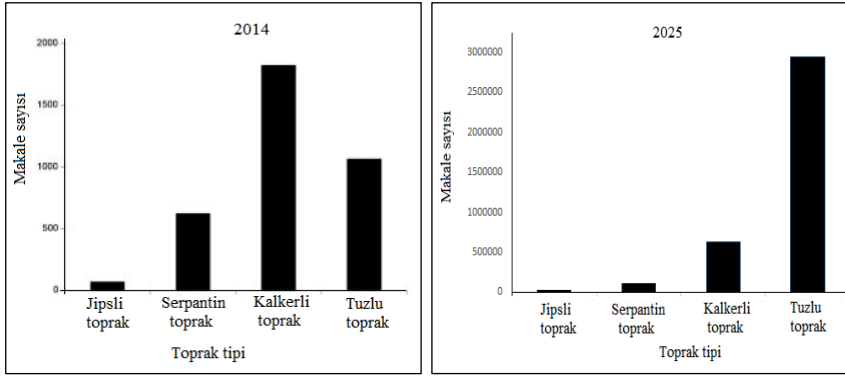


Şekil 3. (a) Jips kristali (b) İkiz jips kristali (kırlangıç kuyruğu)(Anonim, 2025a) (c) mercekli jips (sarı ok) ve aşınmış jips kalıntısı (kırmızı ok) (Aref & Manna, 2021)

Özellikle yarı kurak ve kurak koşullarında yaygın şekilde bulunan jipsli toprakların incelenmesine olan ilgi son yıllarda giderek artmaktadır (Porta, 1998; Alvarez et al., 2022).

Topraktaki jips içeriğinin belirlenmesi için farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden, sülfat (SO_4^{-2}) tayinine dayalı yöntemler uzun ve zahmetlidir. Ayrıca, bu yöntemler jipsi kesin olarak titre etmediğinden, jips dışındaki sülfat minerallerinin varlığı nedeniyle hatalara ve yanlış değerler elde edilmesine neden olabilmektedir (Artieda et al., 2006).

Jips içeriğinin belirlenmesi için kullanılan uzun ve zahmetli yöntemler ve bu yöntemlerin belirsizliği ve sonuçların güvenilirliğinde oluşabilen şüpheler, jipsli topraklar üzerine yapılan çalışmaların diğer toprak tipleri ile yapılan çalışmalara göre sınırlı kalmasına neden olmuş ve bu toprakların karakteristikleri tam olarak anlaşılamamıştır (Şekil 4).



Şekil 4. ISI Bilgi Ağında 2014 yılı itibariyle jipsli, serpantinli, kireçli ve tuzlu topraklarla ilgili makale sayısı. Arama terimleri: 'gyss soil' 'serpantine soil' 'calcareous soil' ve 'saline soil' (Escudero et al., 2015). Google Akademik Bilgi Ağında 2025 yılı itibariyle jips, serpantin, kireçli ve tuzlu topraklarla ilgili makale sayısı. Arama terimleri: 'gyss soil' 'serpantine soil' 'calcareous soil' ve 'saline soil' (Orijinal, 2025)

Jips, toprağın fiziksel ve kimyasal özelliklerini önemli ölçüde etkileyen bir mineral olup, tarımsal üretimin yanı sıra çevresel ve mühendislik uygulamalarında da çeşitli yönetim sorunlarına neden olabilmektedir. Jipsli toprakların doğru ve etkili bir şekilde yönetilebilmesi, jipsin toprak profili içerisindeki derinliğinin, miktarının ve arazide güvenilir biçimde tanınmasının sağlanmasına bağlıdır. Toprakta bulunan jips, suyun ve besin maddelerinin tutulmasını azaltarak bitkiler için yararlı su miktarını düşürür. Ayrıca sulama sırasında sulama boruları ve ekipmanlarında aşınmayı hızlandırabilir, sık ya da sertleşmiş jips horizonları bitki köklerinin gelişimini sınırlandırabilir ve inşaat malzemeleri üzerinde olumsuz etkiler oluşturabilir. Bu nedenle, jipsli toprakların tarımsal ya da tarım dışı amaçlarla kullanımında, bölgenin iklimi, toprak özellikleri ve arazi kullanım biçimi dikkate alınarak yere özgü iyileştirme ve yönetim stratejilerinin geliştirilmesi gereklidir.

Jips toprakta yüksek miktarlarda bulunduğu ve ana bileşenlerden biri haline geldiğinde, toprağın fiziksel, kimyasal ve hidrolik davranışını büyük ölçüde belirleyebilir. Bu özellik, jipsli topraklara yönelik bilimsel ilginin artmasına ve bu toprakların incelenmesinde özel analiz yöntemlerinin geliştirilmesine yol açmıştır (Porta, 1998).

Bununla birlikte, jipsin toprakta düşük miktarlarda bulunması da toprak oluşum süreçleri, toprak sınıflandırması ve arazi yönetimi açısından önem taşımaktadır. Ayrıca jipsli topraklar, ekolojik açıdan özel koşullar sunarak nadir ve nesli tükenme tehlikesi altında olan bazı bitki ve hayvan türleri için özgün yaşam alanları oluşturur. Bu nedenle, toprağın jips içeriğinin doğru bir şekilde belirlenmesi, yalnızca tarımsal ve mühendislik uygulamaları açısından değil, aynı zamanda bu topraklarda yaşayan organizmaların dağılımı ve davranışlarının anlaşılması açısından da büyük önem taşımaktadır. Ancak günümüzde yaygın olarak kullanılan toprak jipsi belirleme yöntemleri, uygulama kolaylığı ve ölçüm doğruluğu bakımından çeşitli sınırlılıklara sahiptir ve her zaman yeterli kesinlikte sonuçlar vermemektedir (Lebron ve ark., 2009).

Heterojen malzemelerdeki jips içeriğinin belirlenmesi, yalnızca toprakları sınıflandırmak, oluşumlarını ve davranışlarını modellemek için değil, aynı zamanda sulama tasarımı ve yönetimi, inşaat mühendisliği, gübre ve ıslah çalışmaları, endüstriyel ve madencilik artıklarının veya yan ürünlerinin depolanması ve işlenmesi veya bozulan anıt veya binaların incelenmesi ve restorasyonu gibi alanlardaki uygulamalar için de önemlidir. Bu amaçların her biri ilgili kaynağın jips içeriğinin belirlenmesi için geliştirilmiş yöntemler gerektirmektedir (Herrero et al., 2020). Ayrıca, farklı yöntemler gerekli malzeme temini, analiz süresi, maliyeti, kolay erişilebilir olmaları bakımından farklılık göstermektedirler.

Bu kitabın amacı, topraklarda jips miktarının belirlenmesi için kullanılan yöntemler hakkında bilgi sağlamak ve doğru ve güvenilir sonuçlar elde edilebilmesi için uygun yöntem ve materyalleri önermektir. Bu bağlamda, literatürde arazi ve laboratuvar çalışmalarında yapılan jips ölçümü için kullanılan yöntemleri içeren çalışmalar incelenmiş, yeni araştırmalar için kolay ve ekonomik olan ve doğru sonuçlar verebilen uygun ölçüm yöntemleri hakkında öneriler verilmiştir.

2. TOPRAKTA JİPS BELİRLEME YÖNTEMLERİ

Jipsli topraklarda jips miktarının belirlenmesi için yapılan çalışmalarda farklı arazi ve laboratuvar yöntemleri verilmiştir (Porta, 1998). Toprakta jipsin tanımlanması, analiz ve ölçümleri için yapılan çalışmalarda kullanılan farklı yöntemler dikkate alınarak başlıklar halinde sıralanmış ve açıklanmıştır.

1. Arazide jips belirleme yöntemleri
 - 1.1. Morfolojik olarak jipsin tanımlanması,
 - 1.2. Kalitatif kimyasal test,
 - 1.3. Isıtma yöntemi,
 - 1.4. Boyama yöntemi.
2. Laboratuvar yöntemleri
 - 2.1. Jips içeren toprakların analize hazırlanması
 - 2.2. Islak kimyasal yöntemler
 - 2.2.1. Aseton yöntemi
 - 2.2.2. İyon kromatografisi ile sülfat tayini
 - 2.3. Termogrametrik yöntemler
 - 2.4. X-Işınları kırılması tekniği
 - 2.5. Jips minerallerinin toprakta oryantasyonu esas alan yöntemler
 - 2.5.1. Mikromorfolojik yaklaşım
Taramalı elektron mikroskobu, SEM (Scanning Electron Microscopy)
 - 2.5.2. Dijital görüntü işleme yöntemi

2. 1. Jipsin arazide tanımlanması ve içeriğinin tahmin edilmesi

2. 1.1. Jipsin arazide morfolojik olarak tanımlanması

Toprak agregaları içerisinde oluşan jips kristalleri, kendilerine özgü pedo-özelliklerin arazi veya laboratuvar ortamında gözlemlenmesi yoluyla morfolojik olarak tanımlanabilmektedir (Herrero ve ark., 1992). Bu kristaller genellikle agregalar arasında veya agregaların iç boşluklarında yer almakta; şekil, büyüklük, saydamlık ve kristal düzenlenişi gibi özellikleriyle diğer ikincil minerallerden ayırt edilebilmektedir. Jipsin bu morfolojik özellikleri, toprak oluşum süreçleri ve profil gelişimi hakkında önemli ipuçları sunmaktadır.

Jips minerali toprak profili içerisinde makroskopik olarak görünür halde bulunduğu ise, arazi çalışmaları sırasında bazı özel aletler yardımıyla fiziksel olarak profilden çıkarılabilmekte ve doğrudan tanımlanabilmektedir (Buck ve Van Hoesen, 2002; Buck ve ark., 2006b). Bu tür uygulamalar, özellikle jipsin nodül, damar veya masif tabakalar şeklinde bulunduğu topraklarda, jipsin miktarının, dağılımının ve profil içindeki konumunun belirlenmesine olanak sağlamaktadır. Böylece, morfolojik gözlemler, jipsli toprakların tanınması ve sınıflandırılmasında önemli bir tamamlayıcı yöntem olarak kullanılmaktadır.

Kaba jips kristalleri görsel incelemeler sırasında kolayca tanımlanabilirken, ince jips kristalleri özellikle kuru mevsimlerde yüzeyde beyaz tozlu bir çiçeklenme olarak tespit edilebilir. Bu çiçeklenme, yeraltı suyunun buharlaşmasından sonra geride kalan çökeltilerden kaynaklanmaktadır. Jipsin boyut dağılımı, toprakta görünür kristallerden mikroskopik kristal fazlara kadar değişebilir (Şekil 5,6 ve 7) (Little & Nair, 2009).



Şekil 5. Katar’da (a) çöl gülü kristali, (b) jips kristalleri, (c) çokgen şekilli kabukla kaplı, kumla karışık jipsler (Leblanc, 2019)

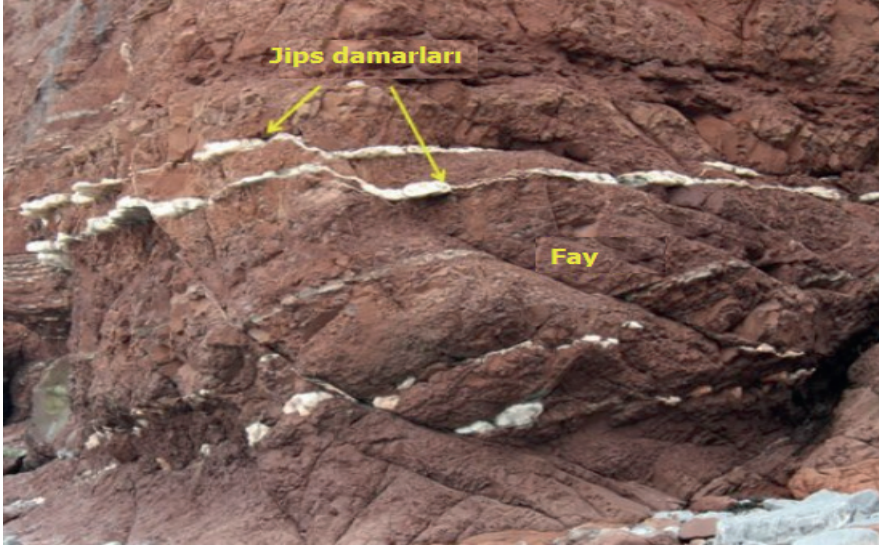


Şekil 6. Katar’da jips ve jips nodülleri (Leblanc, 2019)

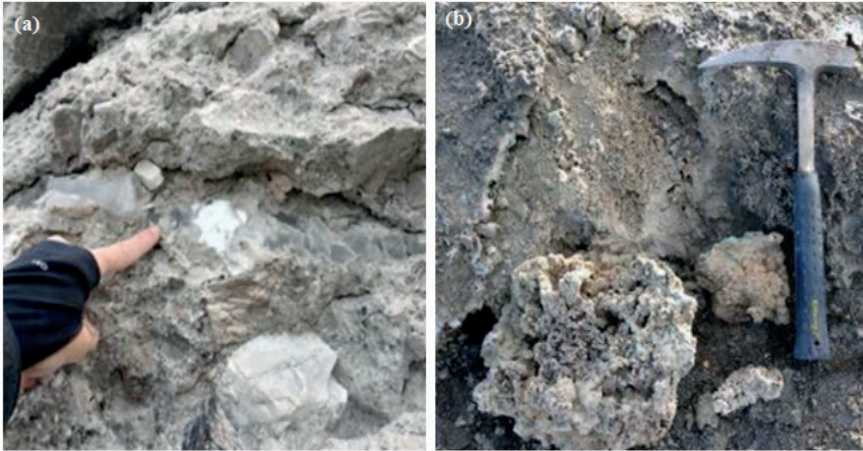


Şekil 7. Katar’da jips ve jips nodülleri, Miyosen Dam Formasyonu (Leblanc, 2019)

Jipsin arazide morfolojik olarak tanımlanmasında, büyüteçler en yaygın kullanılan ve pratik araçlar arasında yer almaktadır. El tipi bir büyüteç yardımıyla, toprak profili içinde çıplak gözle ayırt edilmesi güç olan jips oluşumları ayrıntılı biçimde incelenebilmektedir. Örneğin, büyüteç kullanılarak arazide birkaç milimetre uzunluğa ve yaklaşık 1 mm kalınlığa sahip, solucan benzeri küçük jips damarları tespit edilebilmektedir. Bu damarlar genellikle sarımsı beyaz renkte olup, önceki biyolojik kökenli oluşumları düşündüren miselyum benzeri görünümlerini kaybetmiş durumdadır (Şekil 8 ve 9). Bu tür morfolojik özellikler, jipsin toprak içindeki ikincil oluşum süreçlerinin anlaşılmasına katkı sağlamakta ve jipsli horizonların arazide doğru biçimde tanımlanmasına yardımcı olmaktadır.



Şekil 8. Güneybatı İngiltere Bristol Kanalı yolunda kırmızı çamurtaşı ana kayacı üzerinde kıvrımlı (listrik) jips damarları (Philipp, 2008)



Şekil 9. (a) Jips (selenit çeşidi) damarı (b) Jipsle kaplı toprak (Tornabene et al., 2014)

Arazide büyüteç kullanılarak yapılan jips tanımlamalarında, solucan benzeri jips oluşumlarının kalsiyum karbonat psödomisellerinden ayırt edilmesi her zaman kolay olmayabilir. Büyüteçle yapılan gözlemlerde, kalsiyum karbonat psödomiselleri genellikle daha parlak ve beyaz renkte

görünür; ancak bunları oluşturan tek tek taneciklerin seçilmesi çoğu durumda mümkün değildir. Buna karşılık, jips damarları kalsiyum karbonat damarlarına göre daha sarımsı bir renge sahiptir ve çoğu zaman şeker tanesi büyüklüğünde, ayrı ayrı ayırt edilebilen kristaller halinde gözlenebilir.

Mikromorfolojik incelemelerde bu iki oluşum arasındaki farklar daha belirgin hale gelmektedir. İnce kesitlerde vermiküler jips; merceksi jips dolguları veya toprak içi kanalların jips ile kaplanması şeklinde görülürken, kalsiyum karbonat psödomiselleri genellikle iğnemi kristallerden oluşan bir yapı sergilemektedir (Porta et al., 1994). Bu mikroyapısal farklılıklar, arazi gözlemlerinde kesin ayrımın yapılamadığı durumlarda tanımlamayı destekleyici önemli kanıtlar sunmaktadır.

Topraktaki jipsin, toprak matrisi içerisinde homojen bir şekilde dağılmış olabileceği gibi, izole kristaller hâlinde veya belirli horizonlarda kendine özgü pedo-özellikler oluşturarak yoğunlaşabileceği de bildirilmiştir. Jipsin toprak içerisinde homojen bir dağılım gösterdiği durumlarda, morfolojik gözlemler çoğu zaman yetersiz kalabilmektedir. Bu gibi durumlarda, jipsin varlığı, kalitatif kimyasal testler kullanılarak örnekteki sülfat (SO_4^{2-}) iyonlarının belirlenmesi yoluyla saptanabilmektedir (Porta et al, 1986). Bu yaklaşım, arazi gözlemlerinin laboratuvar destekli yöntemlerle tamamlanmasının gerekliliğini ortaya koymaktadır.

2.1.2. Kalitatif kimyasal test

Arazide yapılan morfolojik gözlemler, jipsin toprak profilindeki varlığını ve dağılımını belirlemede önemli bilgiler sağlamakla birlikte, jipsin toprak matrisi içerisinde homojen olarak dağılmış olduğu durumlarda çoğu zaman yetersiz kalabilmektedir. Bu gibi durumlarda, jipsin varlığının doğrulanması için basit, hızlı ve düşük maliyetli kimyasal testlere başvurulmaktadır. Kalitatif kimyasal test, özellikle toprak örneğinde bulunan sülfat iyonlarının belirlenmesine dayanmakta olup, arazi gözlemlerini destekleyici ve ön tanı sağlayıcı bir yöntem olarak yaygın biçimde kullanılmaktadır. Bu test, jipsli toprakların hızlı bir şekilde tanınmasına olanak sağlarken, daha ayrıntılı ve nicel analizler için de yol gösterici nitelik taşımaktadır.

Yöntem

1. Toprak profilinden alınan yaklaşık 20 g toprak örneği, bir test tüpü içerisinde 100 ml saf su ile çalkalanır.
2. Elde edilen süspansiyonun üst fazına birkaç damla 1 M BaCl_2 çözeltisi eklenir.
3. Üst fazda bulanıklık veya çökelti oluşması durumunda, örnekte başka çözünür sülfat kaynakları bulunmadığı varsayımıyla, jipsin varlığının göstergesi olduğu kabul edilir.

Bu test, silisli tortullar üzerinde genellikle kolaylıkla uygulanabilmektedir; çünkü bu tür ortamlarda diğer mineral taneciklerinin çoğu doğal olarak beyaz renkte değildir. Buna karşılık, karbonatlı tortullarda jipsin tespiti, karbonat minerallerinin çoğunun doğal renginin beyaz olması nedeniyle daha güç olabilmektedir (Shearman, 1979).

2. 1.3. Isıtma yöntemi ile jips tayini

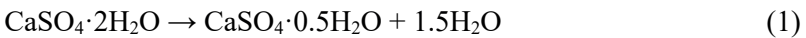
Jips kristalleri saf hâllerinde genellikle renksiz ve saydam bir görünüme sahiptir. Ancak jips ısıtıldığında, kristal yapısındaki bağlı suyun bir kısmını kaybederek fiziksel ve optik özelliklerinde belirgin değişimler gösterir. Bu süreç sonucunda oluşan yanmış jips, tebeşiri andıran mat ve beyaz bir renk kazanır; ayrıca yakılmış jipsin beyazlığı, doğal haline kıyasla genellikle çok daha yoğun ve belirgindir (Shearman, 1979).

Bu renk ve görünüm değişikliği, jipsin toprak içerisindeki varlığının belirlenmesinde önemli bir tanı kriteri olarak kullanılmaktadır. Yakma yöntemi ile sağlanan bu görsel farklılık, jipsin toprak matrisi içerisinde çıplak gözle daha kolay fark edilmesini sağlamakta ve özellikle jipsin homojen dağıldığı ya da morfolojik olarak ayırt edilmesinin güç olduğu durumlarda, topraktaki jips miktarının yaklaşık olarak değerlendirilmesine olanak tanımaktadır. Bu yönüyle yakma yöntemi, basit ve pratik bir ön tanı aracı olarak jipsli toprakların incelenmesinde yararlıdır.

Yöntem

1. Jipsli topraktan alınan örnek, metal bir plaka üzerinde ısıtılır.
2. Isıtılan jips taneleri birkaç dakika içinde beyazlaşır, diğer mineral tanelerinin çoğu değişmeden kalacağı için jips taneleri tespit edilebilir.

Jipsin, 80 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda dehidrate olduğu bilinmektedir. Bu işlem sırasında jips minerali önce 1,5 molekül su kaybeder, daha fazla ısıtıldığında tamamen dehidrate olur ve yanmış jips oluşur. Jipsin termal analiz (TA) eğrileri tek aşamalı bir reaksiyonu gösterse de, dehidrasyonu aşamalı bir süreçtir ve iki aşamalı reaksiyon ile gerçekleşir (Paulik et al., 1992). Bünyesinde yaklaşık %21 su (yapısal su) bulunduran jips ısıtılınca yani kavrulunca, bu suyun %15'i uzaklaşır. Böylece 0,5 mol su içeren hemihidrat jips ya da alçı ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) elde edilmiş olur (Eşitlik 1). Hemihidrat ısıtılmaya devam edilirse, yapısındaki suyun tamamını kaybeder ve anhidrit jipse (CaSO_4) dönüşmüş olur (Şener & Erdemoğlu, 2014).



2.1.4. Boyama yöntemi

Toprak agregatlarında jips ve anhidrit gibi sülfat minerallerinin doğru bir şekilde tanımlanması önemlidir, ancak mineraller ince taneler halinde bulunduğu basit fiziksel testlerin uygulanmasının her zaman kolay olmadığı belirtilmiştir. Bu yüzden, sülfat mineralinin tespiti için, minerali diğer tanelerden kolayca ayırt edebilecek şekilde seçici olarak boyama yöntemi basit bir çözüm olarak önerilmiştir (Poole & Thomas, 1975).

Friedman (1959) tarafından karbonat minerallerinin tanımlanmasına, aynı zamanda jips ve anhidritin tanımlanmasına yönelik yöntemleri de içeren bir boyama şeması geliştirilmiştir. Bu testin, reaktifin kararlı olması, testin oda sıcaklığında yapılabilmesi ve pozitif sonucun parlak sarı bir çökelti olarak rapor edilmesi nedeniyle iyi bir saha yöntemi olma potansiye-line sahip olduğu kaydedilmiştir. Bu testin temeli, asitlendirilmiş bir cıva nitrat çözeltisinin eklenmesinden hemen sonra kısmen çözünebilen sülfat tanelerini kaplayan sarı bazik cıva sülfatın oluşmasına dayanmaktadır (Hounslo, 1979).

Yöntem

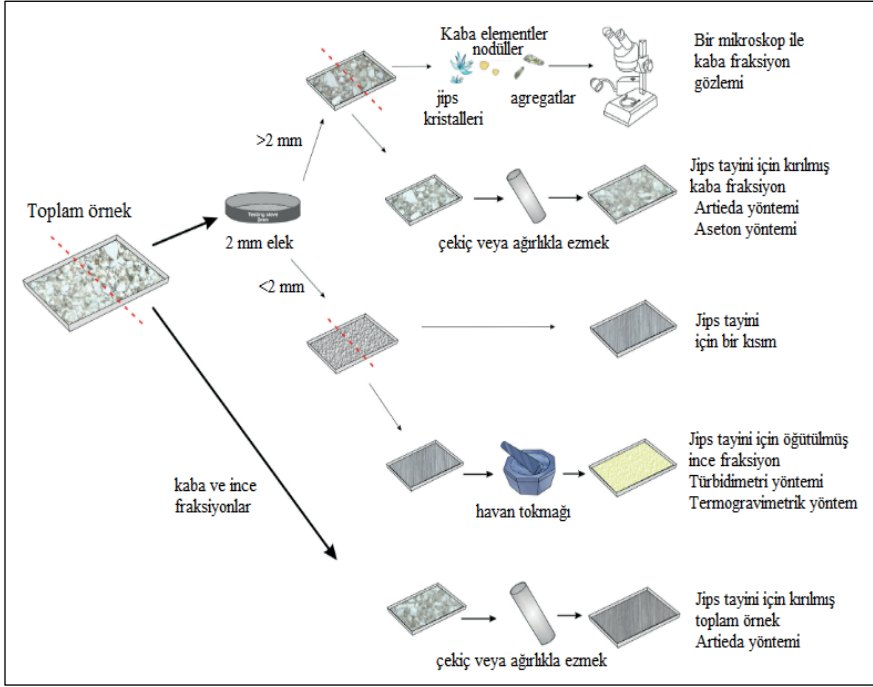
1. 200 veya 250 ml'lik bir beherde 10 g cıva nitrat tartılır.
2. 50 veya 100 ml'lik bir beherde 10 ml konsantre nitrik asit 10 ml deiyonize suya eklenerek 1:1 nitrik asit çözeltisi hazırlanır.
3. Toprak örneği, %10'luk cıva nitrat çözeltisinin 1:1 HNO ile asitlendirilmesiyle hazırlanan reaktif ile temas ettirilir.
4. Oluşan hidroliz çökeltisi tekrar çözünene kadar karıştırılarak damla damla 1:1 HNO eklenir, sarı bir leke veya çökelti oluşur.

Bu test aslında bir sülfat testidir ve bu nedenle diğer çözünür sülfatların da reaksiyon vereceği tahmin edilir. Ancak, testin hem saha hem de laboratuvar kullanımına uygun olduğu ve toprak örnekleri ile birlikte sondaj örneklerinin, kabuklanmaların incelenmesinde başarıyla uygulandığı bildirilmiştir (Hounslo, 1979).

3. Laboratuvar yöntemleri

3.1. Jips içeren toprakların analize hazırlanması

Jips miktarının belirlenmesi için hava geçirmeyen plastik torbalara alınan toprak örnekleri laboratuvarda oda sıcaklığında kurutulur. Topraklar 2 mm aralığındaki elekten elenir. Hem elenen hem de elek üzerinde kalan toprak materyali muhafaza edilir ve her iki fraksiyon da ayrı ayrı analiz edilir (Şekil 10). Alternatif olarak, toprak örneği elenmeden bir tokmak yardımıyla dövülür ve daha sonra elenerek analize hazır hale getirilir.



Şekil 10. Toprak numunesi hazırlanmasında izlenen protokol (Alvarez et al., 2022)

Topraktan alınan örnekler, tıpkı arazi koşullarında olduğu gibi benzer koşullar (sıcaklık, nem, vs.) altında taşınmalı ve saklanmalıdır. Aksi durumda jips minerali depolama sırasında hidrate olabilir, dehidrate olabilir ve hatta çözünebilir veya çökelebilir. Bu nedenle, örneklerin örneklemeden sonra mümkün olan en kısa sürede analiz edilmeleri önerilmektedir (Buck & Van Hoesen, 2002; Buck et al., 2006b).

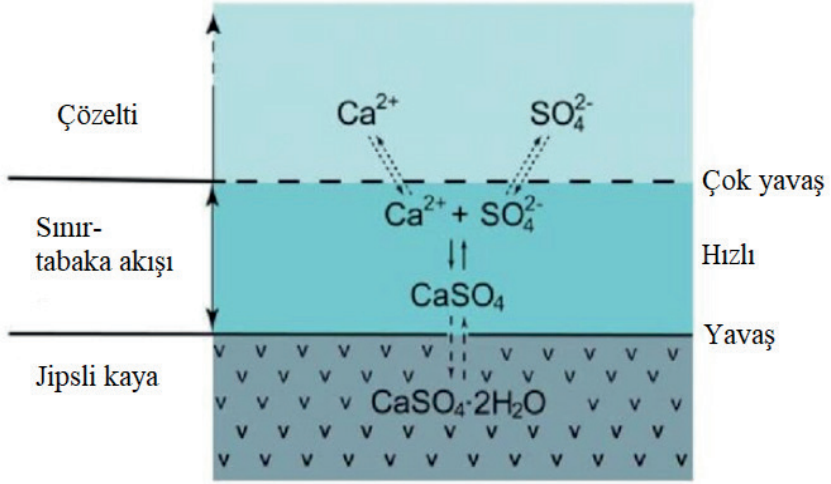
3.2. Islak kimyasal yöntemler

Toprakta jips tayininde ıslak kimyasal yöntemlerin kullanımı yaygındır. Islak kimyasal yöntemlerde, örnekler çözündükten sonra SO_4^{-2} veya Ca^{+2} konsantrasyonları analiz edilerek jips içeriği belirlenir. Ancak toprakta diğer SO_4^{-2} veya Ca^{+2} kaynaklarının varlığı ve değişim kompleksinde adsorpsiyon yoluyla kalsiyum kaybı ölçüm sonuçlarını etkileyebilir (Porta, 1998). Bu nedenle kullanılan bu yöntemlerin jipsin istenen doğrulukta belirlenmesinde yetersiz kalabileceği bildirilmiştir (Loveday & McIntre, 1974).

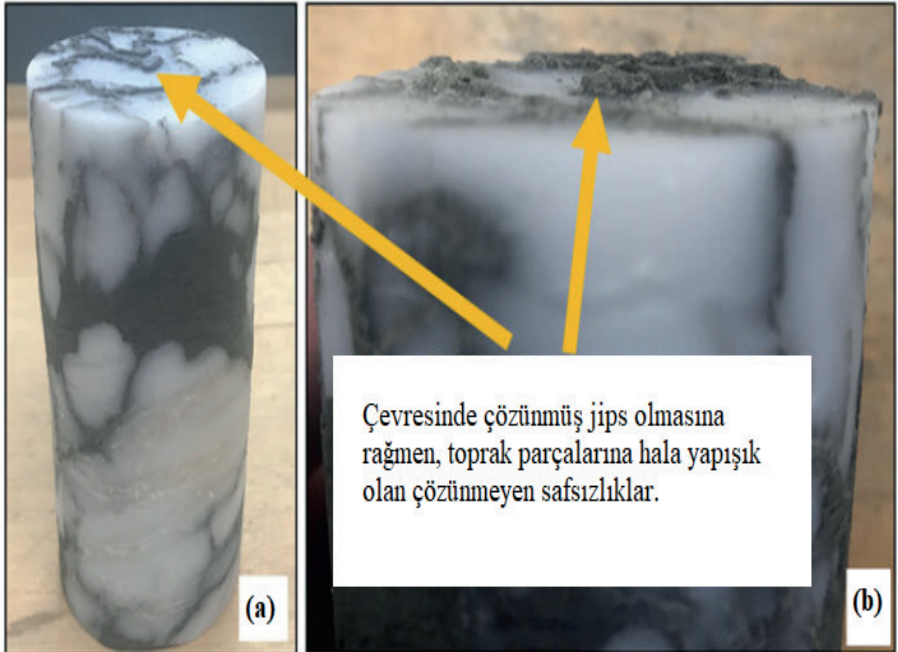
Bu belirsizlikler için bazı yazarlar, jips dışı çözünür sülfatların jipsin çözünmesinden önce etanol ile seçici olarak uzaklaştırılmasını önermişlerdir. Bunun için toplam sülfat miktarından hesaplanan jips miktarı için "eş-değer jips içeriği" ifadesi önerilmiştir (Porta et al., 1986). Bu analizlerde dikkat edilmesi gereken husus, toprakta bulunan toplam sülfatın belirlenmesi için ıslak kimyasal yöntemler kullanıldığında, örnekte bulunan tüm jipsin çözülmesini sağlamaktır. Jips suda düşük bir çözünürlüğe (25°C 'de $2,6 \text{ g l}^{-1}$) sahiptir ve jips kristallerinin inceliği arttıkça suda çözünme hızı da artar (Nelson, 1982). Jips kristalleri büyük olduğunda jipsin çözünürlüğü düşüktür ve toplam çözünme gerçekleşmeyebilir. Bu nedenle, jipsin sulu sistemlerde çözünürlüğünün nispeten düşük olması, suyla doymuş toprakta kristal malzeme olarak bulunabileceğini düşündürmektedir (Lagerwerff vd., 1965). Toprakta tüm jipsin çözünmesi için toprak ile su arasındaki temas süresinin yeterince uzun olması gerekirken, toprak:su oranının düşük olması gerektiği bildirilmiştir (ISRIC, 1987).

3.2.1. Aseton yöntemi

Aseton yöntemi dünyada oldukça yaygın kullanılmaktadır. Aseton yöntemi, jipsli topraktaki jipsin bir asetonda çözünmesi sağlandıktan sonra çözeltinin elektriksel iletkenliği (EC) nin ölçülmesine dayanır (US Salinity Laboratory Staff, 1954). Bu yöntemin esası, jipsli topraklarda jipsin sudaki sınırlı çözünürlüğünden (Şekil 11 ve 12) kaynaklanan analitik belirsizliği azaltmak için, aseton kullanarak jipsi daha kontrollü biçimde iyonlaştırmak ve oluşan iyonların elektriksel iletkenliğini ölçerek jips içeriğinin dolaylı olarak belirlenmesine dayanmaktadır.



Şekil 11. Jipsin suda çözünme aşamaları ve hızı (Di Cremonini et al., 2009)



Şekil 12. (a) Farklı akış hızlarında akan suda 144 saat çözünen jips (b) örneğin üst kısmının yakın çekimi (Sadeghiamirshahidi & Vitton, 2019)

Aseton, suyu güçlü biçimde bağlayan (higroskopik) bir organik çözücüdür. Jipsi doğrudan çözmez, ancak jipsin kristal yapısındaki suyun ortamdan uzaklaştırılmasını sağlar. Böylece jips daha reaktif ve iyonlaşmaya elverişli hale gelir. Bu süreç sonunda Ca^{2+} ve SO_4^{2-} iyonları çözeltide homojen bir şekilde dağılırlar.

Asetonla işlem görmüş jips kontrollü koşullarda iyonik forma geçer, çözeltideki toplam iyon (SO_4^{2-} ve Ca^{+2}) konsantrasyonu, doğrudan elektiriksel iletkenliği (EC) verir. Dolayısıyla, bu ilişki sayesinde ölçülen EC değeri çözünen jips miktarının dolaylı bir göstergesidir.

Yöntem

1. 20 g toprak örneği tartılır.
2. Örneğe 100 ml saf su eklenir, 30 dakika çalkalanır ve ardından filtrelendir (Whatman No.2V).
3. Süzükten 20 ml alınır, bir santrifüj tüpüne aktarılır ve üzerine 20 ml saf aseton (%99) eklenir, çalkalanır ve süspansiyonun çökmesi beklenir. Beş dakika boyunca 5000 rpm’de tıpasız santrifüj edilir.
4. Tüpteki aseton uzaklaştırılır. Daha sonra 20 ml daha aseton eklenir ve Vortex karıştırıcı ile yaklaşık 3 dakika karıştırılır, santrifüjleme tekrarlanır. Aynı şekilde santrifüjleme üçüncü kez tekrarlanır.
5. Üçüncü santrifüjlemeyi takiben, 40 ml saf su eklenir Vortex karıştırıcıda 3 dakika karıştırılır.
6. Daha sonra elektiriksel iletkenlik (EC) ölçümü yapılır ve bu değer Eşitlik (2) kullanılarak 25 dereceye göre düzeltilir.

$$\text{EC}_{25} = \frac{\text{EC}_T}{1 + \alpha(T - 25)} \quad (2)$$

Eşitlik 2’de EC_{25} , 25°C’ye göre düzeltilmiş EC değeri (mmhos cm^{-1}), T ölçüm yapılan sıcaklık (°C), α sıcaklık katsayısı (toprak için 0.02), EC_T ölçüm yapılan sıcaklıkta ölçülen EC değeri (mmhos cm^{-1}).

Örnek hesaplama:

Çözeltide 30 °C’de 1.8 dS m^{-1} ölçüldüğünü varsayarsak, düzeltilmiş EC (EC_{25});

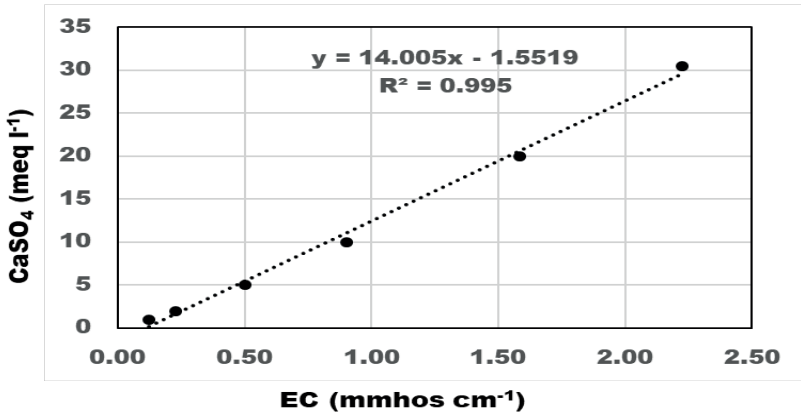
$$EC_{25} = \frac{1.8 \text{ mmhos cm}^{-1}}{1 + 0.02(30 - 25)} = \frac{1.8 \text{ mmhos cm}^{-1}}{1.10} = 1.64 \text{ mmhos cm}^{-1}$$

olarak hesaplanır.

Çözeltilerin, 25 °C’de ölçülen EC değerlerine karşılık gelen CaSO_4 konsantrasyonu değerleri Çizelge 1’de, bu değerlerin karşılıklı grafiklenmesi ile elde edilen grafik ve eşitlik ise Şekil 13’te görülmektedir.

Çizelge 1. 25 °C’de çözeltinin CaSO_4 konsantrasyonuna karşı EC değerleri (US Salinity Laboratory Staff, 1954).

Jips (CaSO_4) konsantrasyonu (meq l^{-1})	Elektriksel iletkenlik (mmhos cm^{-1}) (25 °C’de)
1	0,121
2	0,226
5	0.500
10	0,900
20	1,584
30,5	2,205



Şekil 13. Çözeltideki jips konsantrasyonu (y) ve elektriksel iletkenlik (EC) (x) arasındaki ilişki ve elde edilen eşitlik.

Şekil 13’teki grafikte görülen eşitlik kullanılarak çözeltideki CaSO_4 miktarı (meq l^{-1}), Eşitlik (3) yardımıyla hesaplanabilir.

$$A = \frac{((14.005 \times EC_d - 1.5519) \times v)}{100} \quad (3)$$

Eşitlik (3)'te;

A çözeltideki $CaSO_4$ miktarı (meq) ve v ise toprak-su karışımının hacmidir.

Daha sonra toprağın jips kapsamı Eşitlik (4) kullanılarak hesaplanır.

$$B = \frac{100 \times A}{(T: S) \times v} \quad (4)$$

Eşitlik 4'te;

T: Toprak, S: Su, T:S: Başlangıçta kullanılan toprak : su oranı, v: Ölçüm yapılan toprak-su karışımının hacmidir (ml).

Bazı önemli hususlar:

- Aseton yönteminin temel mantığı, jipsli topraklarda jipsin ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) suda kısmen çözünmesine bağlı analitik belirsizlikleri ortadan kaldırarak, jips miktarını dolaylı fakat daha kontrollü ve doğru olarak belirlemektir.
- Aseton yöntemi, orta düzeyde jips içeren ve düşük tuzluluk gösteren topraklarda yüksek hassasiyetle çalışmakta; buna karşın düşük jips içeriklerinde tespit sınırı yükselmekte ve yüksek tuzluluk koşullarında ölçülen EC sinyali jips dışı iyonlar tarafından baskılanmaktadır.
- Aseton yönteminin toprak jips içeriği ve EC değerine hassasiyeti Çizelge 2'de özetlenmiştir.

Çizelge 2. Asetat yönteminin toprağın EC değeri ve jips içeriğine hassasiyeti

Koşul	Yöntemin hassasiyeti
%1-10 jips	Yüksek/güvenilir
<%1 jips	Düşük/güvenilmez
>%10-15 jips	Azalan doygunluk etkisi/güvenilebilir
$EC < 2,2 \text{ dS m}^{-1}$	Yüksek/güvenilir
$EC = 2,2-4 \text{ dS m}^{-1}$	Orta / güvenilebilir
$EC > 4 \text{ dS m}^{-1}$	Düşük/güvenilmez

- Toprak ile su arasındaki temas süresi, jipsin tamamının çözünmesi için yeterince uzun olmalıdır (ISRIC, 1987).
- EC değeri $2,2 \text{ dS m}^{-1}$ den düşükse, toprak örneğinde bulunan jipsin tamamı karışım içinde sorunsuz bir şekilde çözünebilir.
- EC değeri $2,2 \text{ dS m}^{-1}$ ve hem Ca^{+2} hem de SO_4^{-2} yaklaşık $30\text{-}32 \text{ cmol l}^{-1}$ olduğunda karışımın jipsle doymuş olması muhtemeldir ve tamamen çözünmesi için daha seyreltik bir ekstrakt gereklidir (Loveday & McIntre, 1974).
- EC değeri $2,2 \text{ dS m}^{-1}$ 'den yüksek olduğunda ve SO_4^{-2} ve Ca^{+2} $30\text{-}32 \text{ cmol l}^{-1}$ 'den fazla olduğunda, jipsten daha çözünür başka tuzlar var demektir. Örnekteki tüm jipsin çözülebilmesi için ölçülebilen çözünür SO_4^{-2} ve Ca^{+2} kullanılır (Stern et al., 1989).
- Elektriksel iletkenlik (EC) ölçümüne dayalı yöntemler, pratikte uygulanması görece zor ve zaman alıcıdır; çünkü güvenilir sonuçlar elde edilebilmesi için jipsin ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) toprak çözeltisine tamamen çözünmesi gerekmektedir. Ancak jipsin çözünmesi, termodinamik dengeden ziyade kinetik sınırlamalar tarafından kontrol edilen yavaş bir süreçtir. Bu nedenle çözünme dengesine ulaşılması uzun süre almakta ve ölçüm öncesinde uzun çalkalama, bekleme veya tekrarlı ekstraksiyon adımlarını zorunlu kılmaktadır (Hirst & Greaves, 1922; Lagerwerff et al., 1965). Buna ek olarak, jipsin suda çözünürlüğünün sınırlı olması nedeniyle, özellikle jips içeriği yüksek topraklarda, ölçülebilen bir EC sinyali elde edebilmek için çok büyük hacimlerde su kullanılması gerekmektedir. Bu durum hem analitik süreci uzatmakta hem de seyreltme etkileri nedeniyle ölçüm hassasiyetini ve tekrarlanabilirliğini azaltabilmektedir. Dolayısıyla, EC ölçümüne dayalı yaklaşımlar, yüksek jips içeriğine sahip örnekler için zaman, iş gücü ve kaynak kullanımı açısından verimli ve uygun yöntemler olarak değerlendirilemez.

3.2.2. İyon kromatografisi ile sülfat tayini

İyon değişim kromatografisi (İDK), iyonlaşabilir türlerin sabit faz üzerindeki iyon değişim gruplarıyla elektrostatik etkileşimlerindeki farklılıklara dayanarak ayrılmasını sağlayan güçlü bir analitik fraksiyonlama

teknigi'dir (Wallace & Rochfort, 2023). Bu yöntem, özellikle düşük konsantrasyonlardaki anyonların, başta sülfat (SO_4^{2-}) olmak üzere, yüksek doğruluk ve hassasiyetle tayin edilmesine olanak tanır (Harris et al., 2003).

İyon kromatografisi ile sülfat tayini, toprak veya mineral örneklerinden elde edilen ekstraktlarda çözünmüş sülfatın ayrılması ve iletkenlik dedektörü yardımıyla nicel olarak belirlenmesine dayanır. Yöntem, jipsli ve sülfatlı topraklarda toplam sülfat içeriğinin güvenilir şekilde belirlenmesi açısından yaygın olarak tercih edilmektedir.

Yöntem

1. Yeterli derecede seyreltilmiş ekstrakt (örneğin 1:25 toprak:su), polietereketon (PEEK) gibi inert malzemelerden üretilmiş boru ve bağlantı elemanları kullanılarak iyon değişim kolonuna verilir. Bu sayede numune-sistem etkileşimleri ve kontaminasyon riski en aza indirilir.
2. Çözeltide bulunan anyonlar (örneğin SO_4^{2-} , Cl^- , NO_3^-), kolondaki değişim reçinesi tarafından seçicilik derecelerine bağlı olarak tutulur. İyonlar, mobil fazın etkisiyle reçineden farklı hızlarda ayrılarak kolondan elde edilir.
3. Kolondan çıkan iyonlar, iletkenlik dedektörü tarafından algılanır. Elde edilen iletkenlik sinyalleri, bilinen konsantrasyonlardaki standart çözeltilerden oluşturulan kalibrasyon eğrileriyle karşılaştırılarak iyon konsantrasyonları hesaplanır.
4. İyon kromatografisi, anyonları belirli bir değişim reçinesine olan seçiciliklerine göre ayırdığı için klasik gravimetrik veya titrimetrik yöntemlere kıyasla daha yüksek hassasiyet ve tekrarlanabilirlik sunar. Bu özellik, özellikle düşük sülfat içeriğine sahip örneklerde yöntemi üstün kılmaktadır.

Bazı önemli hususlar:

- Konsantrasyon etkisi: İyonların kolondaki tutunma süresi, genellikle konsantrasyon arttıkça azalır. Bu nedenle yüksek konsantrasyonlu ekstraktlarda uygun seyreltilmenin yapılması gereklidir; aksi takdirde pik çakışmaları ve nicel hatalar ortaya çıkabilir.
- Yeterli ölçüde seyreltilmiş bir ekstraktın tek kolonlu iyon kromatografisi ile analiz edilmesi durumunda, SO_4^{2-} veya Ca^{2+} iyonlarından hareketle hesaplanan jips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) miktarları arasında farklılıklar oluşabilmektedir (Skarie et al., 1987).

- Klor içeriği yüksek topraklarda, Ca^{2+} tayinine dayalı olarak hesaplanan jips miktarı ile SO_4^{2-} verilerine dayalı hesaplanan jips miktarı teorik olarak eşit kabul edilebilir. Ancak sülfatlı topraklarda, ekstraksiyon sırasında Ca^{2+} iyonlarının değişim kompleksine adsorbe olması ve buna bağlı hatalar nedeniyle, Ca^{2+} ölçümlerinden hesaplanan jips içeriği çoğu zaman SO_4^{2-} analizine dayalı hesaplamalardan daha düşük bulunabilmektedir (Porta, 1998). Bu nedenle, jipsli ve sülfatlı topraklarda sülfat tayinine dayalı yaklaşımlar genellikle daha güvenilir sonuçlar sağlamaktadır.

Berigari ve Al-Any (1994), topraklardaki jips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) içeriğinin daha kesin ve doğru biçimde belirlenmesinin, jipsin suda sınırlı çözünürlüğüne dayanan klasik ıslak kimyasal yöntemlerle güç olduğunu vurgulamışlardır. Bu nedenle, jipsin çözünürlüğünü artırmayı ve çözünme sırasında oluşabilecek ikincil çökelmeleri engellemeyi amaçlayan alternatif bir ekstraksiyon yöntemi önermişlerdir. Önerilen yöntem, organik çözücü ön işlemi, karbonat ekstraksiyonu ve çoklu ekstraksiyon adımlarının birlikte uygulanmasına dayanmaktadır. Yöntemin aşamaları aşağıda özetlenmiştir:

Yöntem

1. Hava kurusu, 2 mm'lik elekten elenmiş 2 g toprak örneği 50 ml hacimli bir santrifüj tüpüne tartılır. Üzerine 25 ml %50 (v/v) etanol eklenir, tüp tıpa ile kapatılarak 1 saat süreyle çalkalanır. Bu işlem, topraktaki kolay çözünebilen tuzların ve organik kalıntıların uzaklaştırılmasını sağlar. Çalkalama sonrası tüp santrifüjlenir ve üst sıvı atılır.
2. Geriye kalan çökelti üzerine 25 ml 0,5 M Na_2CO_3 çözeltisi eklenir ve 30 saniye süreyle sonifikasyon uygulanarak çökelti yeniden süspansiyon haline getirilir. Sonifikasyon işlemi, jips yüzeyinde oluşabilecek kararlı CaCO_3 kaplamalarının önüne geçerek jipsin çözünmesini artırır ve ekstraksiyon verimini yükseltir.
3. Numune 1000 g'de 10 dakika süreyle santrifüjlenir. Üst sıvı, Whatman No. 42 filtre kâğıdından süzülerek süzüntüler 100 ml hacimli bir balon jofede veya uygun bir kapta toplanır.
4. Bu ekstraksiyon işlemi, süzüntüde BaCl_2 kristalleri kullanılarak yapılan sülfat testinde negatif sonuç eldesine kadar tekrarlanır. Tüm ekstraktlar birleştirilir, sülfat analizine hazır hale getirilir.

5. Elde edilen çözeltideki sülfat konsantrasyonu; kolorimetrik, gravimetrik, kromatografik veya atomik spektroskopik yöntemler kullanılarak belirlenebilir. Ancak sülfat tayininde olası girişimler ve düşük konsantrasyonlarda ölçüm hassasiyeti dikkate alındığında, indüktif olarak eşleştirilmiş plazma spektroskopisi (ICP) ve iyon kromatografisi, diğer yöntemlere göre daha güvenilir ve duyarlı seçenek olarak öne çıkmaktadır (Sparks, 1996).

Analiz sonucunda elde edilen sülfat verilerinden jips miktarının hesaplanmasında Eşitlik (5) kullanılabilir.

$$\text{Jips (mg g}^{-1}\text{)} = \frac{\text{S konsantrasyonu (}\mu\text{g mL}^{-1}\text{)} \times \text{seyreltme faktörü}}{\text{örnek ağırlığı (g)} \times 100} \times 5,364 \quad (5)$$

Eşitlikte, 5,364 değeri jipsin moleküler ağırlığının kükürdün atom ağırlığına bölünmesiyle elde edilen değerdir.

3.3. Termogrametrik yöntemler

Termogravimetrik analiz (TGA), bir termal analiz türüdür. Analiz, numunenin tanımlanmış bir atmosferde ısıtıldığı, soğutulduğu veya sabit bir sıcaklıkta tutulduğu sırada kütledeki değişimin termogravimetre ile ölçüldüğü bir tekniktir (Şekil 14) (Artieda et al., 2006).

Yöntem

1. 20 g, 2 mm elekten geçirilmiş hava kuru toprak, bir Pyrex kristalleştirme kabında hassas terazi ile (tercihen 0,001 g hassasiyetle) tartılır.
2. Kristalleştirme kabındaki toprak, sabit ağırlığa ulaşmaya kadar 70 °C’de bir fırında kurutulur (70 °C’de sabit ağırlığa 3 günde ulaşılır, bu süre fırının hacmine ve örnek sayısına bağlı olarak değişebilir).
3. Fırından çıkarılan örnekler bir kurutucuda (dessiccator) tamamen soğutulur.
4. Soğutulmuş ve 70 °C’de kurutulmuş örnek içeren kap tartılır. Kabin kapağı açılır, sabit ağırlığa ulaşmaya kadar 90 °C’de havalandırılmış bir fırında tutulur. Kap fırından çıkarılır ve kapağı kapatılır. Kapalı kap, laboratuvar sıcaklığına ulaşmaya kadar soğutulur.

5. 90 °C’de kurutulmuş kap tartılır. Kap boşaltılır, tartılır ve dara belirlenir. Örneklerdeki jips yüzdesi Eşitlik (6) ile hesaplanır.

$$\%Jips = \left(\frac{ws-wf}{ws-wt} \right) \times 100 \times \left(\frac{100}{14,95} \right) = \left(\frac{ws-wf}{ws-wt} \right) 669 \quad (6)$$

Eşitlikte;

ws: 70 °C’de kurutulan örnek ağırlığı + Pyrex kabı ağırlığı

wf: 90 °C’de kurutulan örnek ağırlığı + Pyrex kabı ağırlığı

wt: Pyrex kristalleştirme kabının ağırlığı

14,95: 70 °C ile 90 °C arasındaki jipsin geri kazanım faktörüdür.

Test edilen sıcaklık aralıkları için geri kazanım faktörleri:

70 °C ile 90 °C aralığı için %14,95,

70 °C ile 105 °C arasında %19,10 ,

70 °C ile 150 °C arasında %19,66.



Şekil 14. Termogravimetre (Web sitesi, 2025a)

Termogravimetrik yöntem, jipsli bir toprak örneğinin ısıtıldığında (yaklaşık 200 °C’de) jipsin dehidratasyona uğraması sonucu anhidrite dönüşmesi ile oluşan ağırlık kaybına dayanmaktadır. Termogravimetrik yöntem, jips içeriği yüksek örnekler için önerilmektedir (Eswaran & Zi-Tong, 1991)(Porta, 1998).

Artieda (1993) tarafından %8'den fazla jips içeren örneklerde bu yöntemin kullanılabileceği önerilmiştir. Yöntem, standart aseton yöntemine (Poch, 1992) ve SO_4^{2-} tayinine dayalı yöntemlere (Artieda et al., 2006) göre daha iyi sonuçlar vermektedir. Ancak, yine de iyi bir yarı kantitatif yöntem olarak kabul edilse de, genellikle jips içeriğini olduğundan fazla tahmin etmektedir. Burns et al. (2002), topraktaki jipsin ağırlık kaybının hesabında genel olarak %20,91 (a/a) değerinin kullanıldığını ancak ısıtma sıcaklıklarında suyun tamamının uzaklaştırılamadığını belirtmektedirler. Bu nedenle, jipsin kristalleşme suyu kaybına dayalı yöntemlerde bir uzaklaştırma faktörünün eklenmesinin yararlı olacağı belirtilmiştir.

3.4. X-Işınlari Kırılması tekniğı

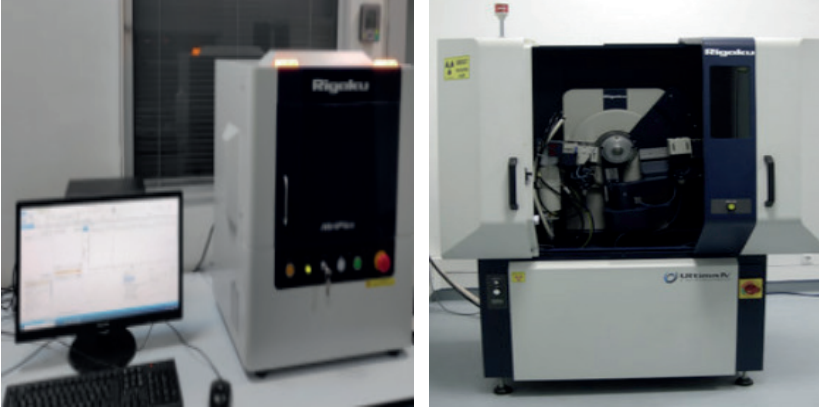
X-Işınlari Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin kendine özgü atomik dizilimlerine bağılı olarak, X-ışınlarını kırması esasına dayanır. Her bir kristal faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar. X-Işını Kırınım cihazıyla kayaçların, kristalin malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir (Şekil 15) (Web sitesi, 2025b).

X-ışınları kırınımı jipsin mineralojik yapısına özgü karakteristik kırınım pikleri sayesinde jipsin kantitatif olarak tanımlanmasında etkili bir yöntemdir. Bu teknik, jipsin kristal yapısının doğrulanması ve toprak veya sediman örneklerinde varlığının ortaya konulması açısından yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bununla birlikte, jips kristallerinin tabakalı morfolojisi ve belirgin kristalografik düzlemleri nedeniyle örneklerde tercihli yönelim (preferred orientation) sorunu sıkça ortaya çıkmaktadır. Bu durum, kırınım piklerinin göreceli şiddetlerini değiştirerek ölçüm sonuçlarının güvenilirliğini azaltmakta ve yöntemin kantitatif tayin amacıyla kullanılmasını güçleştirmektedir. Özellikle jipsin toprak matrisi içinde düzensiz dağılması ve farklı tane boyutlarında bulunması, pik yoğunlukları ile gerçek jips miktarı arasındaki ilişkinin zayıflamasına yol açmaktadır.

Ayrıca X-ışınları kırınımı, kantitatif sonuç elde edebilmek için çok sayıda örnek tekrarı, özenli numune hazırlığı ve uzun süren veri toplama ile sayım işlemleri gerektirmektedir. Bu durum, yöntemin zaman alıcı ve

emek yoğun olmasına neden olmakta; rutin analizlerde ve geniş örnek setlerinin değerlendirilmesinde kullanımını sınırlamaktadır (Skarie et al., 1987).



Şekil 15. (a) Rigaku MiniFlex Masaüstü X-Işını Kırınım Cihazı (b) Rigaku Ultima-IV X-Işını Kırınım Cihazı (Web sitesi, 2025b)

3.5. Jips minerallerinin toprakta oryantasyonu esas alan yöntemler

3.5.1. Mikromorfolojik yaklaşım

Mikromorfolojik yaklaşım, jipsli toprakların mineralojik bileşimini, kristal morfolojisini ve toprak matrisi ile olan mekânsal ilişkilerini bozulmamış yapıları içinde incelemeye olanak sağlayan temel bir yöntemdir. Bu yaklaşım, jipsin yalnızca varlığını değil; oluşum biçimini, yeniden kristallenme süreçlerini ve pedojenetik gelişimini ortaya koyması açısından kimyasal ve mineralojik analizleri tamamlayıcı nitelik taşımaktadır. Gerek optik mikroskopi teknikleri gerekse ileri görüntüleme yöntemleri kullanılarak elde edilen mikromorfolojik veriler, jipsin dokusal özelliklerinin ve dağılımının daha doğru yorumlanmasına imkan vermekte; böylece jipsli toprakların sınıflandırılması ve oluşum süreçlerinin anlaşılmasına önemli katkılar sağlamaktadır. Düz iletken ışık (Plane Transmitted Light, PTL) ve çapraz polarize ışık (Cross Polarized Light, XPL) ile Taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscopy) toprakta jips minerallerinin mikromorfolojik özelliklerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Düz iletken ışık (Plane Transmitted Light, PTL) ve çapraz polarize ışık (Cross Polarized Light, XPL) altında çalışan görünür ışık mikroskobu, toprak mikromorfolojisi çalışmalarında jips kristallerinin tanımlanması ve morfolojik özelliklerinin değerlendirilmesinde en yaygın ve kabul gören yöntemler arasında yer almaktadır. Bu teknik, jipsin kristal şekli, boyutu, dağılımı ve toprak matrisi ile olan ilişkilerinin ayrıntılı biçimde gözlemlenmesine olanak sağlamaktadır.

Ancak bu yöntemin uygulanmasında dikkat edilmesi gereken bazı kritik hususlar bulunmaktadır. İnce kesit örneklerinin hazırlanması sırasında, numunelerin ısıtılmasından özellikle kaçınılmalıdır. Sıcaklığın yaklaşık 50–60 °C'nin üzerine çıkması durumunda dahi jipsin kısmi dehidratasyon gösterebildiği; daha yüksek sıcaklıklarda ise jipsin basanit ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) ve anhidrit (CaSO_4) fazlarına dönüşebildiği bilinmektedir. Bu mineralojik dönüşümler, mikromorfolojik gözlemlerin hatalı yorumlanmasına yol açabileceğinden, örnek hazırlama sürecinde düşük sıcaklıklı ve kontrollü koşullar tercih edilmelidir.

Jipsin ince kesitlerde doğru ve tutarlı biçimde tanımlanabilmesi amacıyla Herrero (1987), hassas mikromorfolojik tanımlamalar için özel bir terminoloji ve bir dizi tanısal kriter geliştirmiştir. Bu yaklaşım doğrultusunda, Porta ve Herrero (1990) ile Herrero et al. (1992) tarafından jipsin farklı morfolojik formlarını ve dokusal özelliklerini tanımlamak üzere standart terimler kullanılmıştır. Bunlar arasında merceksi jips, mikrokristalin jips, jips dokusu, merceksi jips dokusu, mikro jips dokusu ve queras gibi tanımlar yer almakta olup, bu terminoloji jipsli toprakların sınıflandırılması ve oluşum süreçlerinin yorumlanmasında önemli bir referans çerçevesi sunmaktadır.

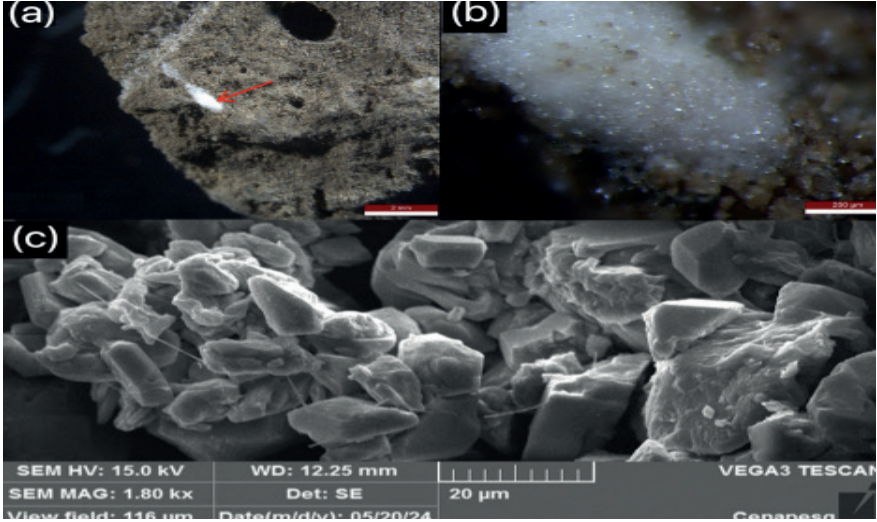
Taramalı elektron mikroskobu (SEM), jips içeren toprakların mikro dokularını incelemek ve kimyasal analiz yapmak için kullanılmaktadır (Herrero, 1987; Poch, 1992) (Şekil 16 ve 17).

SEM, genel olarak toprak örneklerinin ve gözeneklerinin morfolojisi ve görüntülenmesi ile toprak bileşenlerinin kimyasal ve mikrokimyasal analizi olmak üzere alt bölümlere ayrılabilir. Morfoloji çalışmaları için, görüntü analizörleri tarafından hızlı işleme için mikrograflar yerine üç boyutlu araştırmalar için gerekli olan dijital çıktı önerilir. Taramalı elektron mikroskobunun yanı sıra, bilgisayarlı tomografi, manyetik rezonans görüntüleme ve konfokal lazer tarama mikroskobu cihazları da toprakların 3

boyutlu analizi için kullanılabilir (Bisdom et al., 1990). Bozulmamış toprak örneklerinin 3D'li baskılı yapıları, bu teknikle 80 μm 'lik bir çözünürlükle elde edilir. Deneyler, 2D ve/veya doğrudan gözlemlere kıyasla daha başarılı sonuçların elde edildiğini ve yüksek kaliteli görüntüler verdiğini göstermiştir (Karahana et al., 2018).



Şekil 16. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Web sitesi, 2025c)



Şekil 17. (a) Biyoporda (kırmızı ok) solucan biçimli morfolojiye sahip jips dolgusunu gösteren toprak agregatı, (b) (a)'da gözlemlenen özelliğin büyütülmüş hali (jips kristallerinin agregasyonu), (c) Aynı jips kristallerinin elektron mikroskobunda morfolojik yönleri (levha şeklinde ve yalancı altıgen morfolojiye sahip silt boyutunda kristaller) (Silva et al., 2025)

3.5.2. Dijital görüntü işleme yöntemi

Görüntü analizi tekniklerinin toprak mikromorfolojisindeki kullanımı, Jongerius et al. (1972)'in öncü çalışmalarıyla başlamış ve özellikle dijital görüntüleme teknolojilerindeki hızlı gelişmeler sayesinde günümüze kadar önemli ölçüde artmıştır. İlk dönemlerde sınırlı sayıda parametreyi tanımlamaya yönelik olan bu yaklaşımlar, günümüzde yüksek çözünürlüklü optik ve elektron mikroskobu görüntülerinin sayısal ortama aktarılmasıyla çok daha ayrıntılı ve nesnel analizlerin yapılmasına olanak tanımaktadır.

Görüntü işleme ve analiz yöntemleri, ince kesitlerden veya mikrograflardan elde edilen dijitalleştirilmiş görüntüler üzerinde çalışarak jipsli toprakların mikromorfolojik özelliklerinin nicel olarak değerlendirilmesini mümkün kılmaktadır. Bu kapsamda, jips kristallerinin şekli, boyutu ve yönelimi; kristal ve gözeneklerin boyut dağılımları; jips–matris ilişkileri ve boşlukların mekânsal sürekliliği gibi özellikler sayısal parametreler aracılığıyla tanımlanabilmektedir. Böylece, geleneksel görsel tanımlamaların ötesine geçilerek, uzmana bağlı yorum farklılıkları en aza indirilmektedir (Poch, 1992).

Özellikle jipsli topraklarda görüntü analizi, jipsin pedojenetik kökeninin ayırt edilmesi, çökme ve yeniden kristallenme süreçlerinin izlenmesi ve farklı jips dokularının karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi açısından önemli avantajlar sunmaktadır. Ayrıca gözenek boyut dağılımının ve bağlantılılığının nicel olarak belirlenmesi, jipsin toprak fiziksel özellikleri (su hareketi, hava geçirgenliği ve mekanik dayanım gibi) üzerindeki etkilerinin daha iyi anlaşılmasına katkı sağlamaktadır. Bu yönüyle görüntü analizi, mikromorfolojik gözlemleri kimyasal, mineralojik ve fiziksel verilerle bütünleştiren güçlü ve tamamlayıcı bir araç olarak değerlendirilmektedir.

4. TOPRAKTA JİPS ANALİZİNİ KONU ALAN ÇALIŞMALAR

Nelson ve arkadaşları (1978), topraklardaki jips içeriğinin belirlenmesinde kullanılan standart yöntemin; jips katmanlarında sıklıkla Na ve Mg sülfatlarının bulunması ve tüm jipsin tam olarak çözündürülmesinin zorluğu nedeniyle oldukça uzun ve zahmetli olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle, özellikle taksonomik amaçlar için yeterli doğruluk sağlayan daha hızlı bir alternatif yöntem geliştirmişlerdir. Diferansiyel su kaybı yöntemi

olarak adlandırılan bu yaklaşımda, silika jel içeren bir desikatörde en az 48 saat hava ile kurutulan ve ardından 105 °C’de 24 saat fırında kurutulan bir örneğin kütle kaybı ölçülerek jips içeriği hesaplanmaktadır. Bu yöntemde %19,42’lik bir geri kazanım faktörü kullanılmış ve Soil Survey Staff (1972) tarafından önerilen standart kimyasal yöntem (6L1b) ile 0,999 düzeyinde bir korelasyon elde edilmiştir.

Bu yönteme göre fırın kuru ağırlık esasına dayalı jips yüzdesi, jipsin kristal suyunun kaybı üzerinden hesaplandığında standart tahmin hatası $\pm\%1,8$ jips olarak belirlenmiştir (Eşitlik 7):

Bununla birlikte Nelson et al. (1978), düşük jips içeriğine sahip topraklarda yöntemin duyarlılığının sınırlı olduğunu ve belirlenen değerin %1-%4 aralığında olması durumunda jips içeriğinin %4 olarak raporlanmasını önermişlerdir. Daha sonra Artieda (1993), 4 °C-105 °C sıcaklık aralığında jips için %13,93’lük geri kazanım faktörü kullanarak hata payını %1,6’ya düşürmüş; ancak bu tür toprakların belirli bir jips yüzdesi yerine %8 olarak raporlanmasının daha uygun olacağını ifade etmiştir.

Porta (1998), özellikle yarı kurak ve kurak bölgelerde yaygın jipsli topraklarda, jipsin karakterizasyonuna yönelik arazi tanımlamaları ve laboratuvar tekniklerini kapsamlı biçimde incelemiş ve her birinin kendine özgü sınırlamalara sahip olduğunu ortaya koymuştur. Artieda et al. (2006) ise, sülfat tayinine dayalı yöntemlerin uzun ve zahmetli olmasının yanı sıra, toprakta jips dışındaki sülfat minerallerinin varlığı nedeniyle önemli hatalara açık olduğunu vurgulamışlardır. Asetonun anhidrit ve diğer sülfatlarla da reaksiyona girebilmesi bu hataların temel nedenlerinden biridir (Soil Survey Staff, 2014).

Buna karşılık, jipsin termogravimetrik özellikleri, birçok pedolojik amaç için yeterince doğru, hızlı ve uygulanması görece kolay yöntemler sunmaktadır. Ancak Artieda (1993), %8’den düşük jips içeriğine sahip örneklerle sınırlı analizlerin, Soil Survey Staff (1999) tarafından belirtilen %5’lik jipsli eşik değeri dikkate alındığında, taksonomik açıdan yeterince işlevsel olmayacağını belirtmiştir. Bu nedenle, %5’in altındaki jips içerikleri için 70 °C- 90 °C aralığında kütle kaybına dayanan alternatif bir termogravimetrik yaklaşım önermiş ve %14,95’lik geri kazanım faktörü ile yöntemin %0,2 jips içeriğine sahip topraklarda dahi geçerli olduğunu göstermiştir.

Borrachero et al. (2008), jipsin iki ardışık dehidrasyon aşamasının sıcaklık aralıklarının birbirine çok yakın olması nedeniyle klasik termogravimetrik analizlerde süreçlerin örtüştüğünü belirtmiş ve bu sorunu aşmak için yüksek çözünürlüklü termogravimetrik analiz (HRTG) yöntemini önermişlerdir. Isıtma hızının değişimine dayanan bu yöntemde, jipsin dehidrasyon aşamalarının tam olarak ayrıştırılabildiği gösterilmiştir.

Lebron et al. (2009) ise, jips ile bazanit arasındaki kütle farkından yararlanarak daha doğru bir yöntem geliştirmiştir. Numunelerin ısıtılmadan önce ve sonra %40 bağıl nemde dengelenmesiyle kil suyu içeriğinin sabitlendiği ve bu sayede klasik fırın bazlı yöntemlerde görülen önemli hataların ortadan kaldırıldığı belirtilmiştir. Bu yöntemle jips içeriği %1 hata payı ile belirlenebilmiş; buna karşılık fırın bazlı yöntemlerin bazı kil minerallerinde jipsi %36'ya varan oranlarda fazla tahmin ettiği gösterilmiştir.

Sonraki çalışmalar (Omran, 2016; Herrero et al., 2018; Herrero et al., 2020), jipsli topraklarda numune hazırlama sıcaklığının belirleyici bir hata kaynağı olduğunu ortaya koymuştur. Özellikle 40 °C'nin üzerindeki kurutma sıcaklıklarında jipsin basanit ve anhidrite dönüşerek %16-21 oranında kütle kaybına uğrayabildiği, bu durumun jipsçe zengin topraklarda ciddi nicel sapmalara yol açtığı vurgulanmıştır. Bu nedenle, numunelerin oda sıcaklığında veya en fazla 40 °C'de kurutulması önerilmektedir.

Son olarak Alvarez et al. (2022) ve Silva et al. (2025), jips analizinde tek bir yöntemin yeterli olmadığını; arazi morfolojisi, mineralojik yapı ve laboratuvar nicelleştirmesinin birlikte değerlendirilmesi gerektiğini göstermiştir. X-ışını kırınımı (XRD) ikincil jipsin tanımlanmasında en güvenilir mineralojik yöntem olarak öne çıkarken, yüksek sülfatlı ve aşırı tuzlu topraklarda dolaylı sülfat temelli yöntemlerin dikkatle uygulanması gerektiği belirtilmiştir.

Literatürde jipsli topraklarda kullanılan yöntemler, bu yöntemlerin avantajları, sınırlılıkları ve araştırmacıların değerlendirmeleri Çizelge 3'te özetlenmiştir.

Çizelge 3. Jips analizinde kullanılan yöntemler ve yöntemler hakkında yapılan yorum ve değerlendirmeler

Çalışma	Kullanılan yöntem	Açıklama/Öneri
Richards (1954)	Aseton yöntemi	Bu yöntem, topraklardaki jipsin yaklaşık bir değerini verir. Jips içeriğinin yaklaşık olarak belirlendiği birçok laboratuvar tarafından kullanılmaktadır.
Richards (1954)	BaSO ₄ yöntemi	Jips tayini için güvenilir bir yöntemdir. Ancak yöntemin kullanılması zaman almaktadır.
Coutinet (1965)	Değiştirilmiş BaSO ₄ Yöntemi	Yöntemin prensibi, amonyum karbonatlarla işlemiden sonra salınan SO ₄ ⁻² iyonlarının belirlenmesine ve baryum klorür ile çöktürmeye dayanmaktadır. Yöntem güvenilir sonuçlar vermektedir, ancak uygulanması zaman almaktadır.
Kovalenko (1972)	Kaynar su ile ekstraksiyon yöntemi	Yöntemin kullanımı kolay ve sadece temel laboratuvar ekipmanı gerektirmektedir. Bu yöntemin başlıca dezavantajı, kaynar su koşullarında jipsin çözünürlüğünün sınırlı olması nedeniyle topraktaki tüm jipsin tam olarak ekstrakte edilememesidir. Ayrıca yüksek sıcaklık, jipsin kısmi dehidratasyonuna ve çözeltide Ca ²⁺ -SO ₄ ²⁻ dengesinin bozulmasına yol açarak ölçüm hatalarına neden olabilir. Kaynar su ile ekstraksiyon sırasında, topraktaki diğer çözünebilir tuzların (özellikle Na, Mg ve K sülfatlarının) da çözeltide yer alması, jips kaynaklı sülfatın aşırı tahmin edilmesine yol açabilmektedir..
Friedel, (1978)	X-ışını kırınımı ile jips içeriğinin kantitatif tayini	Ağırlıkça %0,5 ila %20 aralığında jips içeren topraklarda jips içeriği $\pm\%3$ doğrulukla belirlenebilir.
Artieda (1993)	Termogravimetrik yöntemler	Bu yöntemlerin %8'den fazla jips içeren örneklerde kullanılması önerilmiştir.

Çizelge 3. Jips analizinde kullanılan yöntemler ve yöntemler hakkında yapılan yorum ve değerlendirmeler (devam)

Çalışma	Kullanılan yöntem	Açıklama/Öneri
Porta et al. (1994)	Sahada pedo-özelliklerin gözlemlenmesi	1 M BaSO ₄ sülfat testi ve kalsiyum karbonat testi (%11 HCl) yöntemi önerilmiştir. HCLl testi oluşumların jips mi yoksa kireç mi olduğuna karar vermek için yapılır.
Berigari & Al-Any (1994)	Standart gravimetrik BaSO ₄ ve türbidimetrik yöntem	Toprak taksonomisi, arazi ıslahı vb. amaçlar için basit, hızlı ve oldukça pratik bir yöntem olduğu belirtilmiştir.
Artieda et al. (2006)	Jips kristal suyunun ölçülmesine dayanan diferansiyel su kaybı yöntemi (Termogravimetrik yöntem).	Jips içeriği %5'ten düşük olan topraklar için önerilmektedir. Avantajı, sahada taşınabilir olması, çok az kimyasal madde kullanılması veya hiç kullanılmaması, sadece temel laboratuvar ekipmanı gerektirmesidir.
Borrachero et al. (2008)	Isıtma hızının değişimine dayanan yüksek çözünürlüklü termogravimetrik analiz (HRTG) yöntemi	Jips için dehidrasyon aşamalarında tam çözünürlük sağlandığı kaydedilmiştir.
Lebron et al. (2009)	Atmosfer ve jips arasındaki farklı su değişimlerinin ölçülmesine dayanır.	Avantajı, sahada taşınabilir olması, çok az kimyasal madde kullanılması veya hiç kullanılmaması, sadece temel laboratuvar ekipmanı gerektirmesi
Weindorf et al. (2013)	Alternatif olarak taşınabilir X-ışını floresans (XRF) spektroskopisi yoluyla belirli kimyasal elementlerin belirlenmesi	Avantajı, sahada taşınabilir olması, çok az kimyasal madde kullanılması veya hiç kullanılmaması, sadece temel laboratuvar ekipmanı gerektirmesidir, ancak daha pahalıdır ve kolayca erişilebilir değildir.

Çizelge 3. Jips analizinde kullanılan yöntemler ve yöntemler hakkında yapılan yorum ve değerlendirmeler (devam)

Çalışma	Kullanılan yöntem	Açıklama/Öneri
Khaymim et al. (2015)	Görünür ve yakın kızılötesi (vis-NIR) spektroskopisi	Jips, analitik yöntemlerdeki belirli belirsizliklere rağmen, görünür-yakın kızılötesi (vis-NIR) yansıtma spektroskopisi kullanılarak genellikle iyi bir hassasiyetle tahmin edilebilmektedir. Özellikle kurak ve yarı kurak bölgelerde yaygın olan tuzlu-jipsli topraklarda bu bileşenlerin spektral örtüşmeleri, model belirsizliğini artırabilmektedir. Bu nedenle, söz konusu ekosistemlerde vis-NIR tabanlı jips tahminlerinin güvenilirliğini artırmak için daha fazla saha çalışmasına, bölgeye özgü kalibrasyon-doğrulama veri setlerine ve destekleyici laboratuvar analizleriyle entegrasyona ihtiyaç duyulmaktadır.
Omran (2016)	OMRAN GypSim yöntemi	Örneğin 150 °C’de ısıtılmasıyla meydana gelen su kaybına dayanır. Jips içeriğini %1 doğrulukla belirler.
Herrero et al. (2020)	Isıtma sırasında kütle kaybını doğrudan ölçen ve kontrollü koşullar altında jips-basanit faz değişiminin değerlendirilmesine yönelik yöntem. Hızlı jips değerlendirmesi için yansıma ve X-ışını floresansı (XRF) yöntemleri	Isıtma işleminde sıcaklığın 40 dereceyi geçmemesi gerektiği vurgulanmıştır. Islak yöntemlerin, jips bakımından zengin veya başka sülfatlar içeren topraklar için uygun olmadığı, bunun yerine, jipsin yapısal suyunun salınımından kaynaklanan kütle değişimlerini dikkate alan ısıtma esaslı yöntemlerin tercih edilebileceği belirtilmiştir.
Alvarez et al. (2022)	Türbidimetre ve jips kristalleşme suyunun dehidrasyonu	jips içeriği >%4 olması halinde jips-teki yapısal suyun kaybına dayalı yöntemlerin iyi sonuç verdiği. Ancak jips içeriğinin çok daha düşük olduğu koşullarda ise türbidimetrik yöntemin tercih edilebileceği önerilmiştir.

Çizelge 3. Jips analizinde kullanılan yöntemler ve yöntemler hakkında yapılan yorum ve değerlendirmeler (devam)

Silva et al. (2025)	Termogravimetrik yöntem	Yöntemin, jips miktarını belirlemede yetersiz kaldığı ve analizin daha yüksek jips içeriğine sahip topraklarda daha etkili olabileceği önerilmiştir. Termogravimetrik analizlerin, çeşitli mineralojik bileşimlere sahip topraklarda ikincil jipsi tanımlamak için en doğru mineralojik teknikler olduğu belirtilmiştir.
Silva et al. (2025)	Türbidimetre yöntemi	Yöntem (Porta, 1998), termogravimetrik ve Artieda (2006) yöntemlerine göre gözlemlenen saha morfolojisiyle en yüksek tutarlılığı göstermiştir. Aşırı tuzlu topraklarda çözünür tuzların uzaklaştırılmasından önce türbidimetre yöntemleri ile ikincil jips tayini yapılmalıdır.
Silva et al. (2025)	X-Işımları kırınımı (XRD)	Yöntemin, çeşitli mineralojik bileşimlere sahip topraklarda ikincil jipsi tanımlamada en doğru mineralojik teknik olduğu kaydedilmiştir.

5. JİPSLİ TOPRAKLARIN ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

5.1. Jipsli toprak örneklerinin fırında kurutulması

Jipsli toprakların analizinde, fırında kurutma işlemi kritik bir ön aşama olup, standart toprak analiz protokollerinde yaygın olarak kullanılan yöntemler bu tür topraklar için uygun değildir. Toprak örneklerinin 105 °C’de kurutulması sırasında, jips mineralinde bulunan kristal suyun ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) bir kısmı kaybolmakta ve bunun sonucunda önce bazanit ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$), daha yüksek sıcaklıklarda ise tamamen anhidrit (CaSO_4) fazı oluşmaktadır.

Jips mineralinde bulunan kristal su, toplam mineral ağırlığının yaklaşık %20,91’ini oluşturduğundan (Eswaran & Zi-Tong, 1991), bu dönüşüm süreci toprak örneğinin kuru ağırlığının hesaplanmasında, özellikle yüksek jips içeriğine sahip topraklarda, önemli hatalara yol açabilmektedir (Porta et al., 1986; Porta, 1998). Dolayısıyla, jipsli ve jips içermeyen toprakların fiziksel ve kimyasal özelliklerinin karşılaştırıldığı çalışmalarda, jipsin termal dönüşümünü önlemek amacıyla kurutma sıcaklığının 40 °C’nin üzerine çıkarılmaması önerilmektedir.

Bazı çalışmalarda jipsin yalnızca CaSO_4 olarak ifade edilmesi bu termal dönüşümden kaynaklanabilmektedir; ancak bu yaklaşım, mineralojik açıdan hatalı olup özellikle nicel değerlendirmelerde kaçınılması gereken bir durumdur (Porta, 1998).

5.2. Jipsin parçacık boyutu analizine etkisi

Jipsli toprakların analizinde dikkat edilmesi gereken bir diğer önemli husus, parçacık boyutu dağılımının belirlenmesinde kullanılan standart yöntemlerin doğrudan uygulanmasının her zaman uygun sonuçlar vermemesidir. Porta (1998)’nın da vurguladığı üzere, jipsin yarı çözünür yapısı, flokülasyon eğilimi, düşük yoğunluğu, kristal morfolojisi ve kristal yapısında su içermesi (Porta et al., 1986), toprak parçacık boyutunun doğru bir şekilde belirlenmesini zorlaştırmaktadır.

Öte yandan, jipsin toprağın ana bileşeni olduğu durumlarda, analiz öncesinde jipsin tamamen uzaklaştırılması da toprağın gerçek fiziksel davranışını yansıtmayan, anlamsız sonuçlara yol açabilmektedir.

Bu nedenle, jipsin hem baskın bir mineral faz olarak toprak özelliklerini belirleyici rol oynadığı, hem de çözünürlüğünün sınırlı olduğu göz önünde bulundurulmalıdır. Bu özelliklerin ihmal edilmesi, jipsli bir toprağın jips içermeyen bir toprakla benzer davranış göstereceği varsayımına dayanan hatalı yorumlara neden olabilir.

Literatürde, toprakta jips içeriği %10'dan düşük olsa dahi, parçacık boyutu analizi sırasında jipsin flokülasyona yol açarak sonuçları önemli ölçüde etkileyebileceği bildirilmektedir. Bu gibi durumlarda, analiz öncesinde jipsin topraktan kontrollü biçimde uzaklaştırılması önerilmektedir.

Bu amaçla, jipsli topraklarda partikül boyutu dağılımı analizinden önce jipsin giderilmesine yönelik çeşitli kimyasal ön işlem yöntemleri geliştirilmiştir. Bunlar arasında amonyum oksalat, hidroklorik asit, baryum klorür ve etanol temelli yöntemler yer almakta olup, her bir yöntemin uygulanabilirliği jips içeriği, tuzluluk düzeyi ve toprak mineralojisine bağlı olarak değişmektedir.

Jipsli topraklarda, partikül boyut dağılımı analizi yapılmadan önce toprak örneğinden jipsin uzaklaştırılması amacı için kullanılabilecek yöntemler aşağıda verilmiştir.

5.2.1. Amonyum oksalat ile jipsin uzaklaştırılması (Coutinet, 1965)

1. Bir Erlenmeyer şişesine 40 g toprak tartılır ve yaklaşık 40 ml damıtılmış su eklenir.
2. Karıştırarak kaynatılır.
3. Daha sonra organik maddeyi yok etmek için 2-3 ml hidrojen peroksit (H_2O_2) eklenir.
4. Köpürme durana kadar H_2O_2 eklemeye devam edilir.
5. Toprak damıtılmış suyla tekrar tekrar yıkanarak 600 ml'lik bir Erlenmeyer şişesine aktarılır.
6. Toplam hacmi yaklaşık 300 ml'ye getirmek için daha fazla damıtılmış su eklenir.
7. Jips içeriği %25'ten fazla değilse (aralığı bilmek için ön tahmine dayanarak), 5 g amonyum oksalat eklenir ve karışım bir saat kaynatılır. Üstteki sıvı atılır.
8. Çözeltide kalsiyum sülfat kristalleri görülmeğe kadar 4. ve 5. adımları tekrarlanır.

9. 20 ml sodyum heksametafosfat çözeltisi (40 g l^{-1}) eklenir ve karışım 3 saat kaynatılır.
10. İçerik yıkanır ve kantitatif olarak silindire boşaltılır, ardından parçacık boyutu analizi yapılır.
11. Jips içeriği %25'ten fazla ise, yukarıdaki aynı prosedür izlenir, ancak amonyum oksalat yerine sodyum klorür çözeltisi ($131,6 \text{ g l}^{-1}$) kullanılır.

5.2.2. Hidroklorik asit ile jips giderimi (Loveday, 1974)

Bu yöntem, görünür jips kristalleri içeren ve elektriksel iletkenliği (EC 1:5) $>3 \text{ mS cm}^{-1}$ olan topraklar için kullanılır.

1. 25 g hava kuru toprak tartılır ve 800 ml'lik bir Erlenmeyer şişeye aktarılır.
2. Şişeye 25 ml 2M HCl eklenir ve toprağın CaCO_3 içeriğini gidermek için hafifçe çalkalanır.
3. Karışım 2-3 dakika bekletilir.
4. 5 damla H_2O_2 eklenir ve organik maddeyi uzaklaştırmak için şişe hafifçe çalkalanır.
5. Köpürme durana kadar daha fazla H_2O_2 eklenir.
6. Üzerine 500 ml damıtılmış su eklenir ve manyetik karıştırıcıya yerleştirilir. Bir saat boyunca karıştırılır, süspansiyonun çökmesi beklenir ve berrak üst sıvı dökülür.
7. Beherin kenarlarında jips kristalleri yok olana kadar 4. adım tekrarlanır.
8. 5 ml 1M NaOH ve 50 ml %10 sodyum heksametafosfat eklenir, hafifçe çalkalanır ve toprak örneğinin dağılması için 20 dakika bekletilir.
9. İçerik yıkanır ve kantitatif olarak silindire dökülür, ardından parçacık boyutunu belirlenmeye devam edilir.

5.2.3. BaCl_2 ile ön işlem ve jipsin BaSO_4 ile kaplanması (Hesse, 1974)

1. 10 g toprak 100 ml'lik bir santrifüj tüpüne aktarılır ve ardından 40 ml 50 g l^{-1} baryum klorür (BaCl_2) ve 20 ml 45 ml l^{-1} trietanolamin içeren bir çözelti eklenir ve bir saat boyunca hafifçe çalkalanır.

2. Santrifüjlenir ve üstteki sıvı dökülür.
3. Tüpe 40 ml su eklenir, ardından çalkalanır ve dökülür.
4. Üstteki sıvıda artık baryum iyonu tespit edilemeyene kadar toprak suyla yıkanmaya devam edilir.
5. Birkaç damla potasyum bikromat çözeltisi ekledikten sonra sarı bir çökelti oluşursa Baryumun varlığı doğrulanabilir.
6. 40 g l⁻¹ sodyum heksametafosfat, 10 g l⁻¹ susuz sodyum karbonat ve %10 sodyum hidroksit içeren bir çözeltiden 15 ml işlem görmüş toprağa eklenir ve 30 dakika çalkalanarak dağıtılır.
7. Tüp içeriği, damıtılmış su ile birkaç kez yıkanır, partikül boyutu belirleme için dereceli silindire aktarılır ve parçacık boyutu belirlenmeye devam edilir.

5.2.4. Toprağın BaCl₂ çözeltisi ve etanol ile ön işlemi (Mater ve Douleimy, 1978)

1. 10 g toprak, filtre kağıdı takılı küçük bir huniye koyulur ve yaklaşık 0,1 M BaCl₂ çözeltisi ile yıkanır.
2. Süzüntüde artık Baryum tespit edilmeyene kadar fazla Baryum iyonları saf etanol ile yıkanır.
3. Çözeltideki Baryum varlığı, Hesse (1974)' belirtildiği gibi belirlenebilir.
4. Toprak süspansiyon silindirine aktarılır ve damıtılmış su ve 10 ml sodyum heksametafosfat (40 g l⁻¹) ekledikten sonra süspansiyon 12 dakika karıştırılır.
5. Parçacık boyutu belirlenmeye devam edilir.

5.2.5. BaCl₂ çözeltisi ile ön işlem (Vieillefon, 1979 tarafından modifiye edilmiş yöntem)

1. 10 g toprak 10 ml BaCl₂ (50 g l⁻¹) ve 20 ml trietanolamin ile bir santrifüj tüpünde çalkalanır.
2. 1 saat çalkalanır ve ardından süspansiyon santrifüjlenir.
3. Üstteki sıvı atılır.
4. 40 ml damıtılmış su eklenir, santrifüjlenir ve üstteki sıvı atılır.
5. 15 ml dağıtıcı çözelti [(%4 sodyum heksametafosfat + %1 sodyum karbonat (Na₂CO₃))] eklenir, pH 8,2'ye ayarlanır ve çalkalanır.
6. Parçacık boyutu fraksiyonları belirlenir.

Yukarıdaki yöntemlere ek olarak, Stern et al. (1989) ve Porta (1998), iyon değiştirici reçineler kullanılarak jipsin analiz öncesinde uzaklaştırılmasına dayanan alternatif bir yaklaşım önermiştir. Bu yöntemde, Na ve Cl reçinelerinden oluşan karışımın jipsi birkaç saat içerisinde çözdüğü, çözünen kalsiyum ve sülfat iyonlarının reçinedeki sodyum ve klorür iyonlarıyla yer değiştirdiği bildirilmektedir. Oluşan çözeltinin elektriksel iletkenliğindeki artıştan yararlanılarak, başlangıçtaki jips miktarı kalibrasyon eğrileri yardımıyla nicel olarak belirlenebilmektedir. Ancak bazı çalışmalarda bu ön işlemin parçacık boyutu dağılımı üzerinde anlamlı bir değişim oluşturmadığı da rapor edilmiştir (Stern et al., 1989).

5.3. Jips çalışmalarında kullanılan yöntemlerin kritiği

Jips tayininde kullanılan ıslak kimyasal yöntemler, pratikte uygulanabilirlikleri nedeniyle literatürde yaygın olarak tercih edilmektedir. Porta (1998)'ya göre bu yöntemler, numunenin çözündürülmesinin ardından sülfat (SO_4^{2-}) veya kalsiyum (Ca^{2+}) konsantrasyonlarının ölçümüne dayanmakta; ancak bu süreçte özgün jips minerali tahrip olabilmekte ve sonuçlar anhidrit veya diğer sülfat içeren minerallerin varlığından etkilenebilmektedir.

Gravimetrik yöntemlerde ölçülen sülfat konsantrasyonlarının, toprakta bulunan başlangıç sülfat düzeylerine bağlı olarak değişkenlik gösterebildiği bildirilmektedir (Puppala et al., 2002). Özellikle düşük sülfat içeriğine sahip topraklarda, baryum sülfatın çökmesine dayalı ağırlık ölçümlerinde deneysel hatalar artmakta ve güvenilir sonuçlar elde edebilmek için çok sayıda tekrar gerekmektedir (Harris et al., 2003).

Sülfat ekstraksiyonuna dayanan testlerin doğruluğunun, toprakta bulunan sülfat minerallerinin türü ve çözünürlük özellikleriyle yakından ilişkili olduğu belirtilmektedir. Bu nedenle, tüm sülfat iyonlarını çözmek amacıyla mümkün olan en yüksek toprak-su oranının kullanılması önerilmektedir (Little & Nair, 2009). Ancak ekstraksiyon oranının artmasıyla birlikte, ölçülen sülfat konsantrasyonlarının kullanılan ekipman, analiz sırası ve prosedürlere duyarlılığı da artmaktadır.

Aseton yöntemi, SSS-NRCS (2014) ve WRB (2014; 2015) tarafından referans yöntem olarak önerilmiştir. Düşük jips içeriğine sahip topraklarda

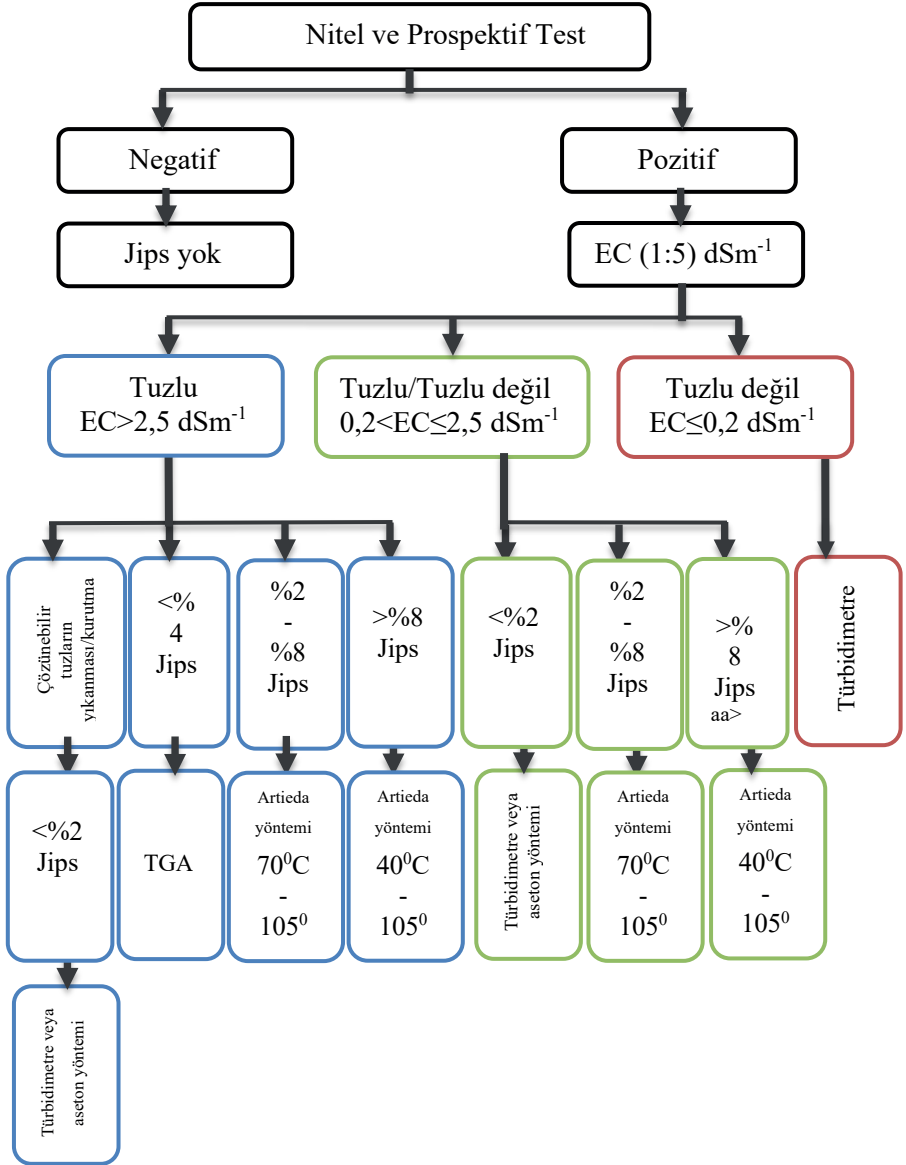
(<%15) güvenilir sonuçlar vermesine karşın, jipsin baskın faz olduğu durumlarda içeriği olduğundan düşük tahmin edebilmekte ve asetonun diğer sülfatlarla reaksiyona girmesi ölçüm hatalarına yol açabilmektedir.

Termogravimetrik analizler, jipsin ısıtma sırasında anhidrite dönüşmesiyle ortaya çıkan ağırlık kaybına dayanmaktadır. Ancak diğer minerallerin de ısıtma sırasında su salabilmesi, yöntemin seçiciliğini sınırlamaktadır (Eswaran & Zi-Tong, 1991). Türbidimetrik yöntemler ise yüksek hassasiyetlerine rağmen, özellikle yüksek elektriksel iletkenliğe sahip tuzlu topraklarda ön işlem gerektirmeleri nedeniyle karmaşık ve zahmetlidir.

Son yıllarda yapılan çalışmalar, aşırı tuzlu topraklarda jips tayini için türbidimetrik yöntemlerin, mineralojik tanımlama için ise X-ışını kırınımı (XRD) analizlerinin daha uygun olduğunu ortaya koymuştur (Silva et al., 2025; Zhang et al., 2025). XRD, çok küçük örnek hacimleriyle çalışabilmesi ve %1'in altındaki düşük jips konsantrasyonlarını dahi güvenilir biçimde tespit edebilmesi nedeniyle önemli bir avantaj sunmaktadır (Coblinski et al., 2021; Fang et al., 2018).

Bununla birlikte, XRD analiz sonuçlarının kristal alışkanlığı, tane boyutu ve tercihli yönelim gibi faktörlerden etkilendiği; bu nedenle örnek hazırlama ve ölçüm protokollerinin titizlikle uygulanması gerektiği vurgulanmaktadır (Jenkins & Snyder, 1996).

Sonuç olarak, jipsli toprakların analizinde kullanılacak yöntemin seçimi; jipsin topraktaki miktarı ve dağılımı, tuzluluk durumu, mevcut laboratuvar altyapısı ve analiz amacına bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle, arazi ön değerlendirmeleriyle desteklenen, kademeli ve bütüncül bir analitik yaklaşımın benimsenmesi önerilmektedir. Bu kapsamda önerilen yöntem basamakları, Şekil 18'de şematik olarak sunulmuştur.



Şekil 18. Topraktaki jips miktarını belirlemek için önerilen protokolün ana hatları (Alvarez et al., 2022)

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Dünya genelinde yaklaşık 1 milyon km²'lik bir alanı kapladığı tahmin edilen jipsli topraklar, başta kurak ve yarı kurak iklim kuşakları olmak üzere geniş coğrafyalarda yaygın olarak bulunmaktadır. Bununla birlikte, bu alanlarda yürütülen araştırmalar, jipsli toprakların dağılımı ve özelliklerinin, bulundukları tüm bölgelerde yeterli ayrıntı ve doğrulukla tanımlanmasına henüz olanak sağlayacak düzeye ulaşmadığını göstermektedir. Bu durum, jipsli toprakların diğer toprak tiplerine kıyasla daha karmaşık fiziksel, kimyasal ve hidrolojik özelliklere sahip olmasıyla birlikte, jipsin özellikle laboratuvar koşullarında tayini için kullanılan yöntemlerin zaman alıcı, teknik olarak zor ve yüksek uzmanlık gerektirmesi ile de ilişkilendirilebilir.

Günümüze kadar yapılan çalışmalarda, jipsli topraklarda jipsin varlığının tanımlanması ve miktarının belirlenmesine yönelik çeşitli analitik teknikler geliştirilmiştir. Bu yöntemlerin seçiminde temel amaç, toprağın jips içeriğinin güvenilir ve tekrarlanabilir bir doğrulukla ölçülmesi olmuştur. Ancak birçok çalışmada, uygulanan yöntemlerin örnek hazırlama süreci, ölçüm hassasiyeti, mineralojik etkileşimler veya çevresel koşullara duyarlılığı gibi nedenlerle belirli sınırlamalar içerdiği belirtilmiş ve bu sınırlamaları azaltmaya yönelik öneriler sunulmuştur. Bu öneriler doğrultusunda yeni yöntemler geliştirilmiş, mevcut analiz teknikleri ayrıntılandırılmış ve potansiyel hata kaynakları azaltılarak ölçüm sonuçlarının doğruluğu artırılmaya çalışılmıştır.

Buna karşın, literatürde yer alan tüm sınırlamalar ve geliştirilen yaklaşımlar birlikte değerlendirildiğinde, toprakta jips analizlerinde; uygulanması görece basit, kolay erişilebilir, ekonomik, aynı zamanda örnekte fiziksel ve kimyasal değişime yol açmadan güvenilir sonuçlar üretebilen bir yöntemle duyulan gereksinimin halen devam ettiği görülmektedir. Bu bağlamda, jipsli topraklar her ne kadar ağırlıklı olarak kurak ve yarı kurak alanlarda bulunsun da, yalnızca jips tayinine odaklanan sınırlı koşullara özgü yöntemlerin ötesinde, farklı özellikler gösteren jipsli toprak tiplerinde de uygulanabilecek kapsamlı ve sistematik bir yöntemler kılavuzuna ihtiyaç duyulmaktadır.

Jipsli toprakların özelliklerinin bütüncül biçimde anlaşılabilmesi ve bunun doğal bir sonucu olarak toprak sınıflandırma sistemlerinde daha belirgin ve tutarlı bir şekilde temsil edilebilmesi, bu topraklara ilişkin yeterli

ve güvenilir bilgi kaynaklarının sağlanmasına bağlıdır. Bu açıdan, özellikle jipsli toprakların yapısal ve hidrolojik özellikleri hakkında bilgi eksikliği bulunan çalışmalar ile henüz yeterli araştırmanın yapılamadığı bölgelerde yürütülecek çalışmalar için, bu tür derleyici ve yönlendirici kaynakların önemli katkılar sunacağı değerlendirilmektedir.

KAYNAKLAR

Anonim (2025a). yerbilen enler. Erişim tarihi: 19.12.2025

<https://www.youtube.com/@yerbilenenler58>

Alphen, J.G. & van, de los Rıos, F. (1991). Gypsiferous Soils. ILRI, Wageningen.

Álvarez, D., Antúnez, M., Porras, S., Rodríguez-Ochoa, R., Olarieta, J. R., & Poch, R.M. (2022). Quantification of gypsum in soils: Methodological proposal. Spanish Journal of Soil Science, 12, 10669.

Aref, M.A. & Mannaa, A.A. (2021). The significance of gypsum morphology in interpreting environmental changes caused by human construction, Red Sea coastal evaporation environment, Saudi Arabia. Environmental Earth Sciences, 80(2): 47.

Artieda, O. (1993). Factores geologicos que inciden en el desarrollo de los suelos en un medio semiarido. El caso de Quinto Zaragoza . Tesis de licenciatura. Universidad de Zaragoza, 305 pp., mapas y anejos.

Artieda, O., Herrero, J., & Drohan, P.J. (2006). Refinement of the differential water loss method for gypsum determination in soils. Soil Science Society of America Journal, 70(6):1932-1935. <https://doi.org/10.2136/sssaj2006.0043N>

Berigari, M.S. & Al-Any, F.M.S. (1994). Gypsum determination in soils by conversion to water-soluble sodium sulfate. Soil Science Society of America Journal, 58(6):1624-1627.

<https://doi.org/10.2136/sssaj1994.03615995005800060006x>

Bisdorn, E.B.A., Tessier, D. & Scoute, J.F.Th. (1990). Micromorphological techniques in research and teaching Submicroscopy . In: Douglas, L.A. Ed. , Soil Micromorphology. Elsevier, Amsterdam, pp. 581–603.

Borrachero, M., Paya, J., Bonilla, M. & Monzó, J. (2008). The use of thermogravimetric analysis technique for the characterization of construction materials: the gypsum case. Journal of thermal analysis and Calorimetry, 91(2): 503-509.

- Buck, B. J. & Van Hoesen, J. G. (2002). Snowball morphology and SEM analysis of pedogenic gypsum, southern New Mexico, USA. *Journal of Arid Environments*, 51(4):469-487.
- Buck, B.J., K. Wolff, D. Merkler, and N. McMillan. 2006b. Salt mineralogy of Las Vegas Wash, Nevada: Morphology and subsurface evaporation. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 70:1639-1651.
- Burns, D.T., Danzer, K. & Townshend, A. (2002) Use of the terms “recovery” and “apparent recovery” in analytical procedures. *Pure Appl Chem.* 74:2201-2205.
- Coblinski, J.A., Inda, A.V., Demattê, J.A. M., Dotto, A. C., Gholizadeh, A. & Giasson, É. (2021). Identification of minerals in subtropical soils with different textural classes by VIS–NIR–SWIR reflectance spectroscopy. *Catena*, 203, 105334.
<https://doi.org/10.1016/j.catena.2021.105334>
- Coutinet, S. (1965). Méthodes d’analyse utilisables pour les sols salés, calcaires et gypseux. *Agronomie Tropicale*, Paris 12: 1242-1253.
- Di Cremonini, S., De Waele, J., Forti, P., Sanna, L. & Vigna, B. (2009). May subcutaneous evaporites enhance the risk of suffusion dolines? Examples from Emilia Romagna, Piedmont, Apulia (Italy), Cardona (Spain) And Siberia (Russia). 2nd Workshop internazionale-Sinkholes: Gli sprofondamenti catastrofici nell’ambiente naturale ed in quello antropizzatoAt: Roma.
- Eswaran, H. & Zi-Tong, G. (1991). Properties, genesis, classification, and distribution of soils with gypsum. Occurrence, characteristics, and genesis of carbonate, gypsum, and silica accumulations in soils, 26:89-119.
<https://doi.org/10.2136/sssaspecpub26.c6>
- Escudero, A., Palacio, S., Maestre, F. T. & Luzuriaga, A. L. (2015). Plant life on gypsum: a review of its multiple facets. *Biological Reviews*, 90(1), 1-18. 10.1111/brv.12092.
- Fang, Q., Hong, H., Zhao, L., Kukolich, S., Yin, K. & Wang, C. (2018). Visible and near-infrared reflectance spectroscopy for investigating soil mineralogy: A review. *Journal of Spectroscopy*, 2018: 1–14.
<https://doi.org/10.1155/2018/3168974>

- Friedel, B. (1978). Zur Bestimmung von Gips in Böden. Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde 141: 231-239.
- Friedman, G.M. (1959). Identification of carbonate minerals by staining methods. Journal of Sedimentary Petrology. 29:87-97.
- Harris, P., Scullion, T., Sebesta, S. & Carlos, G. (2003). Measuring Sulfate in Subgrade Soil- Difficulties and Triumphs. Transportation Research Record, No. 1837, National Research Council, Washington, D.C. pp. 3-11.
- Herrero, J. (1987). Suelos sobre los yesos Paleogenos Barbastro-Balaguer-Tora. Doctoral Thesis, Univ. Zaragoza, 468 pp.
- Herrero, J., Porta, J. & Fedoroff, N. (1992). Hypergypsic soil micromorphology and landscape relationships in northeastern Spain. Soil Sci. Am. J. 56 (4):1188–119.
- Herrero, J. & Boixadera, J. (2017). Gypsic soil. In: Encyclopedia of soil science. Ed: Lal, R. CRC Press.
- Herrero, J., Artieda, O. & Weindorf, D.C. (2018). The determination of gypsum in soils. Soil Science Society of America Journal, 82(2): 293-294.
- Herrero, J., Artieda, O. & Weindorf, D.C. (2020). Soil gypsum determination. Soil Science Society of America Journal, 84(5): 1477-1484. <https://doi.org/10.1002/saj2.20156>
- Hesse, P.R. (1974). Methods of soil analysis-texture analysis of gypsic soils. The Euphrates pilot irrigation project, FAO, AGON/SF/SYR, 67/522
- Hirst, C.T. & Greaves, J.E. (1922). Factors Influencing the Determination of Sulphates in Soil. Soil Science, 13 (4): 231–250. <https://doi:10.1097/00010694-192204000-00001>
- Hounslow, A. W. (1979). Modified gypsum/anhydrite stain. Journal of Sedimentary Research, 49(2):636-637.
- ISRIC (1987). Procedures for soils analysis. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen.

- Jenkins, R. & Snyder, R.L. (1996). Introduction to X-ray powder diffractometry, 138 Wiley Online Library.
<https://doi.org/10.1002/9781118520994>
- Jongeriusa, A., Schoonderbeekd, D., Jager A. & Kowalinskist, ST. (1972). *Geoderma* 7:177.
- Karahan, G., Erol, A. S., & Erşahin, S. (2018). Advances in Soil Structure Diagnosis. *Anadolu Orman Araştırmaları Dergisi*, 4(1): 38-45.
- Khayamim, F., Wetterlind, J., Khademi, H., Robertson, A. J., Cano, A. F., & Stenberg, B. (2015). Using visible and near infrared spectroscopy to estimate carbonates and gypsum in soils in arid and subhumid regions of Isfahan, Iran. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 23(3): 155-165.
- Kovalenko, T.A. (1972). Determination of gypsum in soils. *Soviet Soil Science* 3: 373-376.
- Lagerwerff, J. V., Akin, G. W. & Moses, S. W. (1965). Detection and determination of gypsum in soils. *Soil Science Society of America Journal*, 29(5): 535-540.
<https://doi.org/10.2136/sssaj1965.03615995002900050019x>
- Leblanc, J. (2019). The desert roses and other recent gypsum crystals of qatar. <https://sites.google.com/site/leblancjacques/fossilhome>
- Lebron, I., Herrero, J. & Robinson, D.A. (2009). Determination of gypsum content in dryland soils exploiting the gypsum–bassanite phase change. *Soil Science Society of America Journal*, 73(2): 403-411.
<https://doi.org/10.2136/sssaj2008.0001>
- Little, D. N. & Nair, S. (2009). Recommended practice for stabilization for sulfate rich subgrade soils (p. 54). Washington, DC: National Highway Cooperative Research Program, Transportation Research Board of the National Academies.
- Loveday, J. & McIntre, S. (1974). Methods for analysis of irrigated soils. Tech. Com. no. 54 of the Commonwealth Bureau of Soils, pp. 135-137.

- Mater, A.E. & Douleimy, T. (1978). Note on a proposed method for the mechanical analyses of gypsiferous soils. ACSAD publication. The Arab Center for the Studies of Arid Zones and Dry Lands, Damascus, Syria.
- Nelson, R. E., Klameth, L. C. & Nettleton, W. D. (1978). Determining soil gypsum content and expressing properties of gypsiferous soils. Soil Science Society of America Journal, 42(4):659-661.
<https://doi.org/10.2136/sssaj1978.03615995004200040025x>
- Nelson, R.E. (1982). Carbonate and gypsum. In: Methods of soil analysis, Eds: Page, A.L. et al., Part 2, 2nd edn. SSSA, Agronomy Monograph, Vol. 9. Madison, WI, pp: 181-197.
- Nettleton, W.D., Nelson, R.E., Brasher, B.R. & Derr, P.S. (1982). Gypsiferous soils in the Western United States. In: Acid Sulfate Weathering, pp: 147-168.
- Omran, E.S. E. (2016). A simple model for rapid gypsum determination in arid soils. Modeling Earth Systems and Environment, 2(4):1-12.
- Paulik, F., Paulik, J. & Arnold, M. (1992). Thermal decomposition of gypsum. Thermochemica Acta, 200:195-204.
[https://doi.org/10.1016/0040-6031\(92\)85115-C](https://doi.org/10.1016/0040-6031(92)85115-C)
- Philipp, S.L. (2008). Geometry and formation of gypsum veins in mudstones at Watchet, Somerset, SW England. Geological Magazine, 145(6):831-844.
- Poch, R.M. (1992). Fabric and physical properties of soils with gysic and hypergysic horizons of the Ebro Valley. Thesis, Universiteit of Gent.
- Poole, A. B. & Thomas, A. (1975). A staining technique for the identification of sulphates in aggregates and concretes. Mineralogical Magazine, 40(311): 315-316.
<https://doi.org/10.1180/minmag.1975.040.311.15>
- Porta, J., Lopez-Acevedo, M. & Rodriguez, R. (1986). Tecnicas y experimentos en Edafologia. AEAC, Barcelona
- Porta, J. (1986). Edafogenesis en suelos yesiferos en medio semiarido. Unpublished, ETSEA, Lleida, pp:136.

- Porta, J., Lopez-Acevedo, M. & Roquero, C. (1994). Edafologia para la agricultura y el medio ambiente. Ediciones Mundi. Prensa. Madrid, pp: 807.
- Porta, J. (1998). Methodologies for the analysis and characterization of gypsum in soils: a review. *Geoderma*, 87(1-2):31-46.
[https://doi.org/10.1016/S0016-7061\(98\)00067-6](https://doi.org/10.1016/S0016-7061(98)00067-6)
- Porta, J. & Herrero, J. (1990). Micromorphology and genesis of soils enriched with gypsum. In: *Soil Micromorphology*. Ed: Douglas, L.A. , Elsevier, Amsterdam, pp. 321-339.
- Puppala, A.J., Chirayus, V., Kruzik, A. P. & Perrin, L. (2002). Evaluation of Modified Soluble Sulfate Determination Method for Fine Grained Cohesive Soils. *Geotechnical Testing Journal*, GTJODJ, 25(1): 85-94.
- Riba, O. & Macau, F. (1962). Situacion, características y extension de los terrenos yesíferos en Espana: I. Col. Int. O.P. en terrenos yesíferos. Servicio Geologico de Obras Publicas, Madrid, pp: 33.
- Richards, L.A. (1954). Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. U.S.S. Laboratory. USDA Handb. 60, pp:160.
- Romero, S. (1985). Estudio geologico-economico del area yesífera de Piedras Blancas. Tesis, Universidad Nacional de La Plata, pp:54.
- Sadeghiamirshahidi, M. & Vitton, S.J. (2019). Laboratory study of gypsum dissolution rates for an abandoned underground mine. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 52(7):2053-2066.
- Shearman, D. J. (1979). A field test for identification of gypsum in soils and sediments. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 12(1):51-51.
<https://doi.org/10.1144/GSL.QJEG.1979.012.01.06>
- Silva, A.H.N.D., Sousa, M.G., Araújo Filho, J.C.D., Corrêa, M.M., Otero, X.L., Ferreira, T.O. & Souza, V. S. D. (2025). Gypsic soils in the Brazilian Semiarid. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 49, e0240138.
- Skarie, R.L., Arndt, J.L. & Richardson, J.L. (1987). Sulfate and gypsum determinations in saline soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 51: 901-903.

- Soil Survey Staff (1972). Soil survey laboratory methods and procedures for collecting soil samples , Soil Survey Invest. Rep. No. 1. U.S. Dept. Agric. Soil Conservation Serves.
- Soil Survey Staff (1999). Soil Taxonomy. A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. 2nd ed. USDA-NRCS Handb. 436. U.S. Gov. Print. Office, Washington, DC.
- Soil Survey Staff (2014). Keys to Soil Taxonomy. 12th ed. Washington, DC: USDA-NRCS.
- Sparks, D.L. (1996). Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. SSSA Book Ser. 5. SSSA and ASA, Madison, WI.
- SRC (2010). Web sayfası. Gypsum soil. Erişim tarihi: 19.12.2025. https://serc.carleton.edu/download/images/17329/gypsum_soil.webp
- Stern, R., Alperovitch, N. & Levy, G.J. (1989). Rapid removal of gypsum by resin prior to particle size distribution analysis in soils. Soil Sci. 148(6): 448-451.
- Şener, M. & Erdemoğlu, M. (2014). Jipsin Isil Davranışına Mekanik Aktivasyonun Etkisi. Madencilik, 53:3-4
- Tornabene, L. L., Osinski, G. R., Greenberger, R. N., Bishop, J. L., Cloutis, E. A., Marion, C. L. & Ramsey, M. S. (2014). The Pre-, Syn-and Post-Impact Origin of Hydrated Phases: A Case Study Based on the Remote Sensing and Ground-Truth at the Houghton Impact Structure, Nunavut, Canada. In 45th Annual Lunar and Planetary Science Conference 1777, pp: 2710.
- U.S. Salinity Laboratory Staff (1954). Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. Agric. Handb. 60. U.S. Gov. Print. Office, Washington, DC.
- Vieillefon, J. (1979). Contribution a l'amélioration de l'étude des sols gypseux. Cah. ORSTOM, ser. Pedol. XVII. 3:195-223.
- Wallace, R.G. & Rochfort, K.D. (2023). IonExchange Chromatography Basic Principles and Application. In: Protein Chromatography. Methods in Molecular Biology, Eds: Loughran, S.T. & Milne, J.J. 2699. Humana, New York, NY.

Web sitesi (2025a). Mettler Toledo. Analitik laboratuvar cihazları. Erişim Tarihi: 11.12.2025

https://www.mt.com/tr/tr/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/TA_Family_Browse/ta-instruments/thermal-analysis-system-TGA-2.html

Web sitesi (2025b). ODTÜ Merkezi laboratuvar.

<https://merlab.metu.edu.tr/tr/x-isini-difraktometresi>

Web sitesi (2025c). Scimed. Erişim Tarihi: 11.12.2025.

<https://www.scimed.co.uk/products/ciqtek-sem2100-sem/>

Weindorf, D.C., J. Herrero, J., Castañeda, C., Bakr, N. & Swanhart, S. (2013). Direct soil gypsum quantification via portable x-ray fluorescence spectrometry. Soil Sci. Soc. Am. J. 77: 2071-2077. <https://doi:10.2136/sssaj2013.05.0170>.

Zhang, J., Cao, W., Lu, Y., Gázquez, F., Krijgsman, W., Zeng, X. & Liu, Q. (2025). A novel approach of semi-quantifying gypsum in sedimentary rocks by visible and near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. Geochemistry, Geophysics, Geosystems, 26(3), e2024GC012118.