

SERİ

B

CİLT

XV

SAYI

1

1965

İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ

ORMAN FAKÜLTESİ  
DERGİSİ



# TOPRAKTA VE BİTKİ KÜLLERİNDE MEVCUT KALSİYUM VE MAGNEZYUMUN TİTRİPLEX III<sup>1</sup> TİTRASYONU İLE KANTİTATİF TAYİNİ

**Prof. Dr. Faik GÜLÇUR**

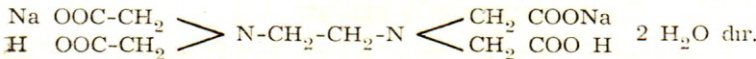
(İ. Ü. Orman Fakültesi Toprak İlimi ve Ekoloji Kürsüsü)

Titriplex III titrasyonu ile kalsiyum ve magnezyum tayini flamfotometre gibi modern ekipmandan mahrum laboratuvarlarda büyük bir kolaylık ve sür'at sağlar. Titrasyon esnasında riayet edilmesi gerekli şartlar ve hata kaynakları ayrı bir bölüm halinde yazının sonuna eklenmiştir. Metod normal nötr amonyum asetatla toprakların yıkanmasından elde edilen ekstraktla mevcut olan kabili mübadele kalsiyum ve magnezyumun kolaylıkla tayinine yararlı olduğu gibi toprak, kil ve anataşı numunelerinin sodyum karbonat veya tri asit ile çözülmesinden elde edilen silisten ari flitratta total haldeki kalsiyum ve magnezyum'un tayinine de elverişlidir. Ayrıca bitki küllerinde mevcut bulunan kalsiyum ve magnezyum miktarlarının tayinine de uygulanabilir. Aşağıda bu metodun çeşitli alanlara nasıl uygulanacağı sırasıyla ve bütün tavsilâtiyle açıklanacaktır.

A — Normal nört (pH=7) amonyum asetat ekstraktında kabili mübadele kalsiyum ve magnezyum tayini

Ağır topraklarda 10 gr. hava kurusu ince toprak (kumlu topraklarda 20-25 gr hava kurusu ince toprak) usulüne göre normal nötr amonyum

1) Kimyasal terkibi ethylenediamine tetra acetic-acid'in disodyum tuzu) olan maddeye Almanlar Titriplex III, Fransızlar Complexon III, Amerikalılar Versene ticari ismini vermişlerdir. Literatürde kimyasal isminin ilk harflerinin kısaltılması olarak (E. D. T. A.) şeklinde de rastlanmaktadır. Açık formülü



Molekül vezni 372.25 dir.

asetat çözeltisi ile muamele edilir ve elde edilen ekstrakt 250 ml. lik bir balon jodede toplanır.

a — *Amonyum asetatın bertaraf edilmesi* : Ekstrakta kalsiyum ve magnezyum ile birlikte potasyum da tayin edilecekse ekstraktın tamamında, şayet sadece kalsiyum ve magnezyum tayin edilecek ise ekstraktın 50 ml.lik bir kesrindeki amonyum asetat tamamen bertaraf edilir. Bunun için amonyum asetat ekstraktını ihtiva eden beher bir hot plate üzerinde ekstraktın hacmi 10 ml. ye ininceye kadar hafifce kaynatılarak buharlandırılır. Hacim 10 ml. ye inince beher su banyosuna nakledilir ve kuruluğa kadar buharlandırılır. Kuruyan beher su banyosundan alınır, soğutulur ve içerisine 15 ml. konsantr HCl ve 10 ml. konsantr  $HNO_3$  ilâve edilir, üzerine bir saat camı örtülür ve tekrar hot plate'e nakledilir. Hot plate'in sıcaklığı beher muhtevasını hafifce kaynatmaya yeter dereceye ayarlı olmalıdır. Beher muhtevası hot plate üzerinde hemen kuruluğa kadar buharlandırılır, soğutulur yeniden 15 ml. konsantr HCl, 10 ml.  $HNO_3$  ilâve edilir ve tekrar kuruluğa kadar buharlandırılır, müteakiben saat camı ve beherin kenarları bir piset yardımı ile beher içerisine yıkanır, saat camı beher üzerinden alınır ve beher muhtevası su banyosu üzerinde kuruluğa kadar buharlandırılır. Bu suretle serbest asitlerin bertarafı temin edilir. Şayet serbest asitler bu ilk buharlandırma ile tamamen bertaraf edilemezlerse beherdeki çökelek yeniden 5 ml. su ile ıslatılır ve yeniden su banyosunda buharlandırılarak kurutulur. Çökelek tamamen kuruduktan sonra daha 15 dakika su banyosu üzerinde tutulur.

Bu ameliyeler sonunda ekstrakttaki tuzlar klorür haline çevrilmiş amonyum: asetat tuzu ve serbest asitler bertaraf edilmiş olur.

Beherdeki çökelek hacmen 1/5 oranında hazırlanmış 10 ml. HCl çözeltisinde çözülür. Çözünmenin tam olması için beher 10 dakika müddetle su banyosu üzerinde tutulur. Müddetin hitamında beher muhtevası kantitatif şekilde sert bir flitre kâğıdına (Whatman No. 42 veya Schleicher Schüll No. 589<sup>3</sup>) nakledilerek 100 ml. lik balon jodaye süzülür. Filtre kâğıdı sıcak su ile ihtimamla balon joje içerisine yıkanır. Balon joje oda sıcaklığına kadar soğutulur ve hacim su ile 100 ml. ye tamamlanır. 100 ml. lik balon jodede toplanmış olan bu flitrat "A" çözeltisidir. Şayet "A" çözeltisinde sadece kalsiyum ve magnezyum tayin edilecekse bu çözeltinin 50 ml.lik bir kesri, aynı zamanda potasyum tayin edilecekse 20 ml. bir kesri aşağıdaki şekilde muameleye tabi tutulur.

b — *Sodium diethylthiocarbamate çözeltisi: ile "A" çözeltisinde bulunan  $Fe^{+++}$ ,  $Mn^{++}$  ve diğer ağır metallerin bertaraf edilmesi*: "A" çö-

zeltisinin 20 veya 50 ml. lik bir kesri bullu bir pipetle çekilir ve 100 ml. lik bir ayırma hunisine konur ve çözelti hacmi 50 ml'ye (20 ml. lik "A" çözeltisi kullanılması hali) tamamlanır. Ayırma hunisindeki çözeltinin pH sı 1-4 pH arasında olmalıdır. Bu husus bir universal pH endikatörü kağıdı ile kontrol edilerek tahkik edilmelidir. Şayet çözeltinin reaksiyonu istenilen pH sınırlarının dışında ise bir kaç damla % 10 lik HCl veya KOH ile pH istenilen sınırlar içerisine getirilir, müteakiben % 1 lik sodium diethyl carbamate çözeltisinden 5 ml. ayırma hunisine eklenir, ayırma hunisinin kapağı örtülür ve muhteva el ile 30 saniye müddetle şiddetle çalkalanır. Bu çalkalanma esnasında sodium Diethylthiocarbamate toprakta mebzul miktarda bulunan  $Fe^{+++}$ ,  $Mn^{++}$  ve eser halde bulunması muhtemel  $Cu^{++}$  ve diğer ağır metallerle çok dayanıklı kompleks tuzlar teşkil eder. Bu kompleks tuzlar Isoamyl alkolde ve Chloroforme'da çözünürler. Yaptığımız laboratuvar deneylerinde sodium diethyl carbamate'm yukarıda bahis konusu olan ağır metallerle teşkil ettiği kompleks tuzların çözeltiden Chloroforme ile ayrılması uygun bulunmuştur. Zira Chloroforme'm sudan ağır oluşu ayırmada bir kolaylık sağladığı gibi kolaylıkla temin edilebilmesi gibi bir avantajı da vardır. Sodium diethylcarbamate ile çalkalamayı müteakip ayırma hunisinin kapağı açılır ve içerisine 10 ml. Chloroforme ilâve edilir, kapak örtülür ve muhteva 30 saniye müddetle çalkalanır ve huni bir halka üzerine oturtularak 2 dakika müddetle sükûnete terkedilir. Bu süre içerisinde ayırma hunisinde iki sıvı fazı teşekkül eder: Üstteki faz esas çözelti, alttaki faz ise rengi esmerleşmiş Chloroforme fazıdır. Altteki sıvı fazı bir behere itina ile akıtılır. Esas çözeltiden ziyata sebebiyet vermemek için her seferinde huninin dibinde bir miktar Chloroforme bırakılmalıdır. Aktarmayı müteakip ayırma hunisine yeniden 10 ml. Chloroforme ilâve edilir ve yukarıda açıklandığı gibi çalkalanıp sükûnete terkedilip behere akıtılır. Chloroforme ile yapılan muameleye Chloroforme tamamen renksiz hale gelinceye kadar devam edilir. Umumiyetle 3-4 muamele kâfidir. Chloroforme'm tamamıyla renksiz hale gelip gelmediği hakkında bir tereddüt hâsıl olursa, bir defa daha Chloroforme ile muamele şayanı tavsiyedir.

Chloroforme ile yapılan muamele sona erince, ayırma hunisindeki çözelti itina ile 100 ml. lik bir balon jöjeye nakledilir ve ayırma hunisi kantitatif şekilde su ile balon jöje içerisine yıkanır. Balon jöje su ile 100 ml. ye tamamlanır. Bu ameliyeler sonunda meydana gelen çözeltiye "B" çözeltisi denir.

c — 0.01 Normal titriplex III titrasyonu ile kalsiyum tayini : Bullu bir pipetle B çözeltisinden 25 ml. çekilir, 250 ml. lik bir erlenma-

yer'e konur, hacim su ile 100 ml. ye tamamlanır. Müteakiben çözeltiye 2 ml. % 10 lık KOH çözeltisi eklenir, karıştırılır ve çözeltinin pH'sı kontrol edilir. Kalsiyum tayininde optimum pH 12 dir: Şayet pH 12 nin altında ise, yeniden lüzumlu miktarda KOH çözeltisi eklenerek pH 12 ye getirilir. pH ayarlanmasından sonra çözeltiye % 2 lik KCN çözeltisinden 10 damla ilâve edilir. Ortama ilâve edilen potasyum siyanür Ni, Co gibi metallere kompleks tuzlar teşkil ederek bu iyonların enterfransına mâni olur. Müteakiben çözeltiye ufak bir spatül ucu Murexide indikatörü ilâve edilir. Erleymeyer muhtevası manyetik bir karıştırıcı ile karıştırılarak renk violet'e dönünceye kadar 0.01 normal Titriplex III çözeltisi ile titre edilir.

1 ml. 1/100 N titriplex III = 0.01 miliekiyalan  $Ca^{++}$

1 ml. 1/100 N Titriplex III = 0.2004 miligram  $Ca^{++}$ .

NOT : Her analiz serisinde toprakları yıkamada kullanılan amonyum asetatın 50 ml. bir pipetle çekilir. Yukarıda açıklanan muamelelere tabi tutularak aynı yollardan Ca ve Mg tayin edilir. Şayet  $Ca^{++}$  ve  $Mg^{++}$  için bir değer bulunuyorsa, değerler toprak için bulunmuş olan değerlerden çıkarılır.

d — 0.01 N Titriplex III titrasyonu ile magnezyum tayini : Titriplex III titrasyonu ile indirekt ve direkt olmak üzere iki yoldan magnezyum tayin edilmektedir.

I — Titriplex III titrasyonu ile indirekt yoldan magnezyum tayini : Yazının son bölümünde açıklanmış olan sebeplerden dolayı ortamdaki bütün kalsiyum iyonları titriplex III tarafından tamamen bağlanmadan magnezyum iyonları titriplex III ile reaksiyona girmezler. O halde ortamda hem kalsiyum ve hem de magnezyum iyonları mevcut olduğu takdirde titrasyonda sarfedilen 1/100 normal titriplex III hacmi bu iki iyonun toplamının ekivalanı kadardır. Bu ( $Ca^{++} + Mg^{++}$ ) ye ait titrasyon değerinden evvelce kalsiyum için sarfedilen 1/100 normal titriplex III değeri çıkarılacak olursa indirekt yoldan magnezyum için harcanan 1/100 normal titriplex III hacmi ve dolayısıyla miktarı tayin edilmiş olur.

( $Ca^{++} + Mg^{++}$ ) titrasyonu için "B" çözeltisinden 25 ml. bullu bir pipetle çekilir ve 250 ml. lik bir balon jöjeye konur. Hacim su ile 100 ml. ye tamamlanır 10 ml.  $NH_4Cl-NH_4OH$  tampon çözeltisi eklenir. Üniversal endikatör kâğıdı ile pH'nın 10 a gelip gelmediği kontrol edilir. Şayet pH=10 değil ise, yeniden 10 ml. tampon çözeltisi eklenir, müte-

akiben 10 damla KCN çözeltisi ve ufak bir spatül ucu ETB (=Erichrom Black T) endikatörü eklenir ve renk maviye dönünceye kadar 1/100 N titriplex III ile, çözelti bir manyetik karıştırıcıyla karıştırılmak suretiyle, titre edilir.

*Neticenin hesabı* : Netice aşağıdaki formüle göre bulunur.

$$V_2 - V_1 = V$$

$V_2 = (\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++})$  için sarfedilen 1/100 N titriplex III hacmi (ml. olarak)

$V_1 = (\text{Ca}^{++})$  için sarfedilen 1/100 N titriplex III hacmi (ml. olarak)

$V = \text{Mg}^{++}$  için sarfedilen 1/100 N titriplex III hacmi (ml. olarak).

1 ml. 1/100 N titriplex III = 0.01 miliekivalan  $\text{Mg}^{++}$

1 ml. 1/100 N titriplex III = 0.1216 miligram  $\text{Mg}^{++}$ .

*II — Titriplex III titrasyonu ile direkt mağnezyum tayini* : Bu usul mağnezyumun indirekt tayininden daha sıhhatlidir ve kalsiyum'un sodyum wolframat ( $\text{Na}_2 \text{W O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) ile çöktürülüp ortamdan ayrılmasına istinat eder. Direkt mağnezyum tayini aşağıdaki şekilde yapılır:

25 ml. "B" çözeltisi 100 ml. lik bir behere konur. Behere 10 ml.  $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{NH}_4\text{OH}$  tampon çözeltisi ilâve edilir ve muhteva iyice karıştırılır, müteakiben 10 ml. % 20 lik sodyum wolframat çözeltisi eklenir, bir hot plate üzerinde bir saat müddetle hafifçe ısıtılır, müddetin hitamında beher muhtevası Whatman No. 42 filitre kâğıdından süzülür ve 1:20 oranında sulandırılmış tampon çözeltisiyle yıkanır; süzüntü ve yıkama suları, 100 ml. lik hacmin evvelce işaret edilmiş olduğu 250 ml. lik bir erlenmayerde toplanır. Erlenmayerde toplanan kalsiyumdan arı filtrata 10 ml.  $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{NH}_4\text{OH}$  tampon çözeltisi, 10 damla % 2 lik KCN çözeltisi ve bir spatül ucu Erichrom black T (= ETB) endikatörü ilâve edilir ve renk maviye dönünceye kadar 1/100 N titriplex III ile titre edilir.

1 ml. 0.01 N titriplex III = 0.01 miliekivalan  $\text{Mg}^{++}$

1 ml. 0.01 N titriplex III = 0.1216 miligram  $\text{Mg}^{++}$

B —Metodun total silikat analizinde ve bitki analizinde uygulanması.

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

flitralarda ve bitki nümunelerinin analizi için hazırlanmış silisten arı flitralardan yukarıda açıklanmış olan metodla total haldeki kalsiyum ve magnezyum miktarları tayin edilebilir. Bu takdirde sodyum diethyldithiocarbamate çözeltisi ve yapılan muameleden başlanarak metod aynen uygulanır.

C — Titriplex III titrasyonu ile kalsiyum ve magnezyum tayin edilirken dikkat edilecek hususlar.

I — Titriplex III aşağıdaki çeşitli polivalan katyonlarla kompleks tuzlar teşkil eder. Bu metallere toprakta rastlananların muvazenet sabitesi logaritmaları aşağıdaki cetvelde verilmiştir:

Katyonların muvazenet sabiti logaritmaları<sup>1</sup>.

| Sıra No. | Sembol            | Katyonun muvazenet sabiti logaritması | Sıra No. | Sembol           | Katyon muvazenet sabiti logaritması |
|----------|-------------------|---------------------------------------|----------|------------------|-------------------------------------|
| 1        | Fe <sup>+++</sup> | 25.1                                  | 9        | Fe <sup>++</sup> | 14.2                                |
| 2        | Cu <sup>++</sup>  | 18.4                                  | 10       | Mn <sup>++</sup> | 13.5                                |
| 3        | Ni <sup>++</sup>  | 18.4                                  | 11       | Ca <sup>++</sup> | 10.59                               |
| 4        | Pb <sup>++</sup>  | 18.2                                  | 12       | Mg <sup>++</sup> | 8.69                                |
| 5        | Cd <sup>++</sup>  | 16.5                                  | 13       | Sr <sup>++</sup> | 8.63                                |
| 6        | Zn <sup>++</sup>  | 16.2                                  | 14       | Ba <sup>++</sup> | 7.76                                |
| 7        | Co <sup>++</sup>  | 16.1                                  | 15       | Li <sup>+</sup>  | 2.79                                |
| 8        | La <sup>+++</sup> | 15.4                                  | 16       | Na <sup>+</sup>  | 1.66                                |

Muvazenet sabiti logaritması Ca<sup>++</sup> dan yüksek olan polivalan katyonlar (bunlara Be<sup>++</sup> ve Hg<sup>++</sup> de dahildir) titriplex III ile kalsiyumdan daha az dissosiyasyon gösteren kompleks tuzlar teşkil ederler. Şayet kalsiyum tayin edilirken 1-10 sıra numarasındaki metallere her hangi birisi çözeltide mevcut ise, titriplex III ile yapılan titrasyona bu metal veya metallere değerleri de dahil olur. Meselâ kalsiyum tayin edilecek çözeltide Fe<sup>+++</sup> mevcut ise, kalsiyum titrasyonu için sarfedilen titriplex III çözeltisi hacmi, ortamda mevcut olan Fe<sup>+++</sup> için sarfedilen titriplex III hacmi ile Ca<sup>++</sup> için sarfedilen titriplex III çözeltisi hacmine eşit olur. Bu sebepten kalsiyum tayin edilmeden cetvelde gösterilen ve kalsiyumdan evvel yer almış bulunan metallere kaffesinin çözeltiden ayrılması lâzımdır.

1) Jackson, M. L., "Soil chemical analysis", Prentice-Hall, Inc, 1958, p: 287.

Yukarıda cetvelde bahis konusu edilen metallere bilhassa  $Fe^{+++}$ ,  $Fe^{++}$ ,  $Mn^{++}$  ve daha az ehemmiyetle olarak da  $Cu^{++}$ , toprak ve bitki analizlerinde,  $Ni^{++}$ ,  $Zn^{++}$  ve  $Co^{++}$  bahis konusudur.

II — Toprakların amonyum asetat ekstraktında mevcut olan ve titriplex III titrasyonunda yukarıda açıklanan güçlükleri yaratan  $Fe^{+++}$  ve  $Mn^{++}$  nin en çabuk ve kolaylıkla bertaraf edilmesi sodyum diethyl-dithiocarbamate çözeltisi ile muamele edilerek mümkün olmaktadır<sup>1</sup>.  $Fe^{+++}$  ve  $Mn^{++}$  in carbamate ile bertaraf edilmesinde dikkat edilecek hususlar şunlardır :

1 — Tayin yapılacak çözeltinin pH sı 1-4 arasında olmalıdır.

2 — Carbamatın, içinde tayin yapılacak çözeltiliye nazaran konsantrasyonu % 0.1 - % 0.05 arasında olmalıdır. 50 ml. lik tayin yapılacak çözeltili için 30-50 miligram carbamate kâfidir.

III — Çözeltide mevcut olması mümkün olan  $Cu^{++}$ ,  $Ni^{++}$ ,  $Zn^{++}$   $Co^{++}$  iyonları kalsiyum ve magnezyum tayininden evvel alkalene hale konmuş çözeltiliye ilâve edilen KCN çözeltisiyle kompleks tuzlar teşkil ettirilerek bertaraf edilir. Esasen bu iyonlar toprakların amonyum asetat ekstraktlarında eser halde bulunur.

IV — İçinde kalsiyum ve magnezyum tayin edilecek çözeltide 5 ml. veya daha fazla amonyum asetat çözeltisi mevcut olursa, interferans vaki olduğu Simpson ve Barrows (1962)<sup>2</sup> tarafından tesbit edilmiştir. 5 ml. den daha az miktardaki amonyum asetat çözeltisinin bir tesiri olmadığını aynı araştırmacılar ifade etmişlerdir. Bu itibarla, usulde açıklandığı şekilde amonyum asetatın bertarafında zaruret vardır. Amonyum tuzları, tampon tesirlerinden dolayı ortamın pH sınırını ayarlanmasında da güçlükler çıkarırlar.

V — Ortamın pH sınırını ayarlanması :

1 — Carbamate çözeltisi ile muameleden evvel ortamın pH sı 1-4 pH aralığına getirilmelidir.

2 — Kalsiyum titrasyonunda optimum pH 12 dir. pH nın 12 ye getirilmesi % 10 lık KOH çözeltisi ile yapılır.

3 — Magnezyum titrasyonunda optimum pH 10 dir. Çözelti bu pH ya  $NH_4Cl$  --  $NH_4OH$  tampon çözeltisi ile getirilir.

1) Cheng, K. L., Melsted, S. W. and Bray, R. H., "Removing interfering metals in the versenate determination of calcium and magnesium", Soil Sci., Vol. 75, No. 1, 1953, P: 37-40

2) Borrows, H. L. and Simpson, E. C., "An EDTA method for direct routine determination of calcium and magnesium in soils and plant tissue", Soil Science Society of Amerika Proceedings, Vol 26, No. 5, 1962, p: 443-445.



## LÜZUMLU ÇÖZELTİLER VE MİYARLAR

1 — 0.01 N kalsiyum çözeltisi : 0.6005 gr 105°C de kurutulmuş ve desikatörde saklanan kalsiyum karbonat  $\text{CaCO}_3$  (P.A.) tartılır ve 1 litrelik bir balon jojeye konur, asgari miktarda 0.2 N HCl de çözülür ve evvelce kaynatılıp soğutulmuş su ile litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1ml. si 0.2004 miligram  $\text{Ca}^{++}$  ihtiva eder. (Bu çözelti plâstik bir şişede saklanmalıdır).

2 — 0.01 N titriplex III çözeltisi : Evvelce 80°C de kurutulmuş ve desikatörde saklanan titriplex III den 1.861 gr tartılır. Suda çözülür ve hacmen su ile litreye tamamlanır.

3 — % 1 Carbamate çözeltisi : 1 gr. sodium diethyldithiocarbamate suda çözülür ve su ile 100 ml. ye tamamlanır. Bulanık görülürse süzülür.

4 — % 10 KOH çözeltisi : 100 gr. KOH (P. A.) suda çözülür ve evvelce kaynatılıp soğutulmuş su ile hacim litreye tamamlanır (bu çözelti  $\text{CO}_2$  den korunmalı ve plâstik bir şişede saklanmalıdır.)

5 — % 2 KCN çözeltisi : 2 gr. KCN suda çözülür ve hacmi 100 ml. ye su ile tamamlanır (en şiddetli zehirdir, daima kilit altında tutulmalıdır). ASLA ASİT BİR ÇÖZELTİYE İLÂVE EDİLMEMELİDİR, saklanırken  $\text{CO}_2$  den korunmalıdır. Mineral asitlerle muamele edilince çok şiddetli bir teneffüs zehiri olan HCN verir.

6 — Amonyum hidroksit - amonyum klörür tampon (pH 10) çözeltisi : 67.5 gr  $\text{NH}_4 \text{Cl}$  takriben 200  $\text{cm}^3$  suda çözülür, 570 ml. konsantre  $\text{NH}_4\text{OH}$  ile karıştırılır ve su ile 1 litreye tamamlanır.

7 — % 20  $\text{Na}_2 \text{WO}_4$  çözeltisi : 20 gr.  $\text{Na}_2 \text{WO}_4$  suda çözülür ve hacim su ile 100 ml. ye tamamlanır.

8 — Murexide (kalsiyum) indikatör tozu : 0.2 gr. Murexide indikatörü 40 gr  $\text{K}_2\text{SO}_4$  ile bir havanda iyice karıştırılır.

9 — ETB (=Erichrom Black T) (mağnezyum) toz indikatörü : 1 gr. erichrom black T indikatörü bir havanda 50 gr. NaCl (kuru halde) ile birlikte öğütülür ve samimi şekilde karıştırılır. Bu şekilde hazırlanan indikatör tozu, Mg titrasyonu esnasında ufak bir spatül ucu kadar (takriben 50 mgr.) ilâve edilir<sup>1</sup>.

1) Pelloux, P., "Methodes de détermination des cations échangeables, delacapacité d'échange dans les sols carbonats calcaires ou non, mais mi salés nigypseux" Centre Scientifique, et technique Bondy 1963.