

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ В СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРАХ И ПОЧВЕННЫХ ВЫТЯЖКАХ

© 2011 Е.В. Кызырова

Институт биологии Коми НЦ УрО РАН, г.Сыктывкар

Поступила в редакцию 09.06.2011

Проведено сравнение спектрофотометрических методов определения алюминия по разным методикам с использованием в качестве окрашивающих реагентов алюминона, ксиленолового оранжевого и феррона. На основе сравнения полученных результатов и их погрешностей был выбран наиболее точный спектрофотометрический метод определения содержания алюминия с использованием в качестве окрашивающего реагента – феррона.

Ключевые слова: *алюминий, феррон, алюминон, ксиленоловый оранжевый*

Алюминий является одним из наиболее распространённых элементов почвы. Это макроэлемент, играющий ведущую роль наряду с такими элементами как кремний, кислород, углерод и др., в формировании свойств и плодородия почв. В природных объектах содержание алюминия колеблется в широком интервале концентраций 0,001-0,1 мг/мл. Он входит в состав различных соединений. Наиболее чувствительными для растений являются подвижные (водорастворимые, обменные) соединения алюминия. Высокие концентрации этих соединений токсичны для роста и развития растений [4], поэтому содержание их должно быть нормировано. Для определения алюминия в растворах предложено множество методов, в которых используются в качестве реагентов соединения различных классов, но их избирательность невелика, так как с ними взаимодействуют и многие другие элементы. Избирательность достигают введением маскирующих веществ, органических растворителей, третьих компонентов, проведением экстракционного отделения и т.п. [4, 10]. Как правило, окраска комплексного соединения алюминия, образующегося в растворе, развивается во времени и при нагревании. Это существенно усложняет задачу количественного определения алюминия. Затрудняет определение содержания $Al(III)$ в растворах и тот факт, что формы его химических соединений зависят от кислотности и состава раствора [4].

Цель работы: исследование различных способов определения $Al(III)$ в растворах в широком диапазоне концентраций, встречающихся в природных условиях, в том числе и в почвенных вытяжках; сравнение таких характеристик как воспроизводимость, точность, чувствительность, экспрессность различных методов определения алюминия; выбор наиболее оптимальной методики для определения содержания этого элемента в почвенных вытяжках.

Объекты и методы исследования. Для определения количества алюминия в растворе используют объёмный, гравиметрический, сорбционный методы. Наиболее оптимальным, т.е. нетрудоёмким, требующим несложной пробоподготовки, экспрессным методом является спектрофотометрический метод. Он основан на образовании окрашенных комплексных соединений алюминия с различными органическими реагентами, такими как бисфенол, хромазуол S, хинализарин, метилтимоловый синий, арсеназо, алюминон, ксиленоловый оранжевый, феррон и др. [3, 7, 9, 10]. Наиболее часто в почвоведении применяют три последних соединения, поэтому мы провели сравнение условий протекания реакций комплексообразования, чувствительности методов, воспроизводимости и точности результатов. Объектами исследования послужили водные растворы солей алюминия с концентрацией 0,01, 0,05, 0,1 мг/мл и солевые (1н KCl) вытяжки из образцов дерно-подзолистой почвы. Все определения проводили согласно известным методикам в шести повторностях.

Результаты и обсуждение. Результаты определения содержания свободного иона $Al(III)$ колориметрическим методом в растворах с известной его концентрацией с использованием в качестве органических лигандов алюминона, ксиленолового оранжевого и феррона, а также расчета погрешности каждого определения представлены в таблице 1. Во всех определениях наблюдалась достаточно хорошая сходимость и воспроизводимость результатов, что позволяет использовать их на практике. Систематическая погрешность для всех измерений составила $1,35 \times 10^{-4}$.

Полученные данные отличаются от истинной концентрации алюминия в стандартном растворе, что вызвано влиянием различных факторов, таких как:

- присутствие маскирующих веществ (аскорбиновой кислоты в реакциях комплексообразования с

Кызырова Елена Викторовна, младший научный сотрудник. E-mail: kizurova@mail.ru

алюмином и ксиленоловым оранжевым, которое уменьшает интенсивность окраски образующихся комплексных соединений, а, следовательно, влияет на результат);

- нагревание смеси (определение с ксиленоловым оранжевым);
- время развития окраски комплексного соединения (показывает экспрессность метода) и т.д.

Таблица 1. Сравнение результатов определения алюминия спектрофотометрическим методом с различными органическими реактивами в стандартных растворах хлорида алюминия

Органический реагент	Исходная концентрация $Al(III)$ в растворе $C(Al^{3+})$, мг/мл	Средняя рассчитанная концентрация алюминия $\bar{C}_x(Al^{3+})$, мг/мл	Случайная погрешность измерения $S_{n,N}(x) \times 10^{-3}$	Абсолютная погрешность результата анализа $\Delta \times 10^{-3}$, $P=0.95$	Относительная погрешность, %	Средняя рассчитанная концентрация алюминия с погрешностью $\bar{C}_x(Al^{3+}) \times 10^3$, мг/мл
алюминон	0,010	0,012	1,8	1,8	15,0	12±5
	0,050	0,056	2,9	7	12,5	56±7
	0,100	0,104	0,4	1	0,9	104±1
ксиленоловый оранжевый	0,010	0,0056	0,25	0,7	10,5	5,6±0,7
	0,050	0,0550	0,09	2,5	5,0	55±2,5
	0,100	0,0950	0,09	2,5	2,5	95±2,5
феррон	0,010	0,0085	0,15	0,4	4,7	8,5±0,4
	0,050	0,050	1,1	2,7	8,0	50±2,7
	0,100	0,099	1,3	0,3	3,0	99±0,3

Влияние рассмотренных и других факторов находит отражение в случайной составляющей погрешности. Количественно она выражается в стандартном отклонении полученного результата от истинного ($S_{n,N}$). В данном случае в области малых концентраций (~0,01 мг/мл) спектрофотометрический метод с ферроном характеризуется достаточно низкой величиной этого показателя: $0,15 \times 10^{-3}$ по сравнению с остальными методами. В области повышенных концентраций (~0,1 мг/мл) случайная составляющая погрешности меньше при использовании алюминона $S_{n,N} = 0,4 \times 10^{-3}$. Сравнивая значения относительной погрешности, можно сделать вывод о непригодности определения содержания алюминия алюминоновым методом в области малых концентраций. В спектрофотометрическом методе с

ферроном величина относительной погрешности меньше, чем в остальных методах, поэтому данный метод можно считать более точным.

В дальнейших исследованиях мы выясняли пригодность методов для определения содержания алюминия в солевых вытяжках из почвы. Эксперимент проводили на образцах горизонта В дерново-подзолистой суглинистой пахотной почвы. Результаты определения представлены в табл. 2. При проведении анализа алюминоновым методом, как показали результаты эксперимента, в растворе образовывались коллоидные частицы. От них приходилось освобождаться, что, во-первых, усложняет определение, а, во-вторых, после центрифугирования раствора содержание $Al(III)$ в нём снижается. Это существенно влияет на результат, увеличивая погрешность метода.

Таблица 2. Сравнение результатов определения содержания алюминия в почвенных вытяжках, полученных спектрофотометрическим методом с использованием различных органических реагентов

Органический реагент	Содержание алюминия		Среднее содержание алюминия в почвенной вытяжке, $\times 10^3$ мг/мл	Случайная погрешность измерения $S_{n,N}(x) \times 10^3$	Абсолютная погрешность, Δ	Относительная погрешность, δ %	Среднее содержание алюминия в почвенной вытяжке с погрешностью, $\times 10^3$ мг/мл
	в почве, мг/100г почвы	в вытяжке, $\times 10^3$ мг/мл					
алюминон	8,5	34,0	32,4	28	7,6	23	32,4±7,6
	7,8	31,2					
	8,0	32,0					
ксиленоловый оранжевый	28,8	115,2	114,8	12	4,0	4	114,8±4,0
	28,8	114,0					
	28,5	114,0					
феррон	28,8	115,2	115,2	16	2,8	2,8	115,2±2,8
	28,8	115,2					
	28,8	115,2					

Выводы: при сравнении ясно, расхождение между данными, полученными спектрофотометрическим методом с ферроном и ксиленовым оранжевым практически не наблюдается, т.е. истинное содержание обменного алюминия в дерново-подзолистой почве составляет 28,8 мг/100 г почвы. При сравнении погрешностей результатов более высокую точность определения даёт спектрофотометрический метод с использованием феррона, остальные методы показали заниженные результаты и более высокие погрешности. Сопоставляя полученные результаты определения алюминия спектрофотометрическим методом с различными органическими реагентами, мы нашли, что наиболее применим для определения обменного $Al(III)$ в солевых вытяжках из почвы колориметрический метод с использованием в качестве органического лиганда феррона.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Булатов, М.И. Практическое руководство по фотокolorиметрическим и спектрофотометрическим методам анализа / М.И. Булатов, И.Г. Калинин. – Изд-во Химия, Ленингр. отд., 1968. 384 с.
2. Дедкова, В.П. Новые возможности при определении алюминия органическими реагентами / В.П. Дедкова, С.Б. Саввин // Журнал аналитической химии. 1993. Т. 48, вып. 4. С. 624-631.
3. Дедкова, В.П. Фотометрическое определение алюминия реагентом бисфол в сильнокислых средах / В.П. Дедкова, О.П. Швоева, С.Б. Саввин // Журнал аналитической химии. 1998. Т.53, №9. С. 972-977.
4. Зонн, С.В. Алюминий. Роль в почвообразовании и влияние на растения / С.В. Зонн, А.П. Травлеев. – Днепропетровск: Изд-во ДГУ, 1992. 224 с.
5. Марченко, З. Фотометрическое определение элементов. – М. Мир, 1971. 800 с.
6. Погрешности средств измерений: Методич. Указания / Составитель Ванчикова Е.В. – Сыктывкар, 1999. 22 с.
7. Поповцева, А.А. Спектрофотометрическое определение железа и алюминия в вытяжке Тамма и Джексона-Мира / А.А. Поповцева, Е.Н. Бушуева, М.Н. Лютеева // Материалы по почвам Коми АССР (Почвы равнинных и горных территорий Коми АССР и их плодородие). – Сыктывкар, 1974. С. 84-89.
8. Расчёт погрешности измерения содержания компонентов в различных объектах: Методическое указание / Составитель Ванчикова Е.В. – Сыктывкар, 1999. 25 с.
9. Саввин, С.Б. Органические реагенты группы арсеназо III. – М.: Атомиздат, 1971. 312 с.
10. Тихонов, В.Н. Аналитическая химия алюминия (Серия Аналитическая химия элементов). – М.: Изд-во Наука, 1971. 266 с.
11. Хон-Вен, Гао. Исследование спектропоглощения комплекса алюминия с хромазуолом S в растворах / Гао Хон-Вен, Ши Хон-Лиань // Журнал аналитической химии. 1997. Т. 52. №11. С. 1152-1157.
12. Шаевич, А.Б. Метрологические особенности выбора варианта анализа / А.Б. Шаевич, В.Л. Мучник, Н.М. Кузьмин // Журнал аналитической химии. 1990. Т. 45, вып. 11. С. 2251-2272.

COMPARISON OF ALUMINUM DEFINITION METHODS IN STANDARD SOLUTIONS AND SOIL EXTRACTS

© 2011 E.V. Kyzurova

Institute of Biology Komi SC UrB RAS, Syktывkar

Comparison of spectrophotometric methods of definition the aluminum by different techniques with use as painting reagents aluminon, xylenol orange and ferron is spent. On the basis of comparison of the received results and their errors the most exact has been chosen spectrophotometric method of definition the contents of aluminum with use as a painting reagent the ferron.

Key words: *aluminum, ferron, aliminon, xylenol orange*