

## PORÓWNANIE METODY KOLORYMETRYCZNEJ Z METODĄ ATOMOWEJ SPEKTROFOTOMETRII ABSORPCYJNEJ OZNACZANIA MAGNEZU W MATERIALE ROŚLINNYM

ELIGIUSZ ROSZYK, STEFANIA ROSZYK,  
ZBIGNIEW TURYNA, MARIA ZIĘTECKA

*Instytut Gleboznawstwa i Chemii Rolnej AR, Wrocław*

Obok powszechnie stosowanej kolorymetrycznej metody oznaczania zawartości magnezu w materiale roślinnym za pomocą żółcieni tytanowej, ostatnio coraz więcej uwagi w laboratoriach chemiczno-rolniczych przy oznaczaniu tego pierwiastka poświęca się metodzie atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej (ASA).

Metoda ta, opracowana w 1955 r. [3], dzięki dużej wykrywalności, niskim kosztom oznaczeń i prostocie wykonania, znajduje coraz szersze zastosowanie w oznaczeniach ilościowych magnezu i szeregu innych pierwiastków.

Celem niniejszej pracy było porównanie na wybranym materiale roślinnym metody kolorymetrycznej oznaczania Mg z metodą ASA.

### BADANIA WŁASNE

Badania przeprowadzono na 28 próbkach roślinnych pochodzących z doświadczeń wazonowych. Zieloną masę gorzycy w ilości 0,5 g p.s.m. mineralizowano na mokro przy użyciu 5 ml stężonego kwasu siarkowego i 10 ml perhydrolu, przenoszono następnie roztwór ilościowo do kolb miarowych o pojemności 100 ml, dopełniano wodą destylowaną i mieszano.

### METODA KOLORYMETRYCZNA

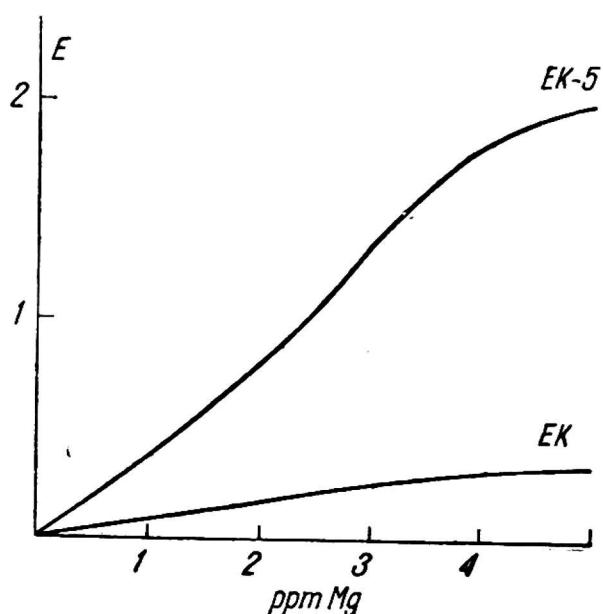
Badania przeprowadzono na spektrokolorymetrze „Spekol” przy użyciu dwóch przystawek: EK — z kuwetami o grubości warstwy 1 cm i EK-5 z zastosowaniem wzmacniacza Zv przy czułości 1000 — z kuwetami o grubości warstwy 5 cm. Pomiar ekstynkcji wykonywano przy długości fali 550 mμ.

W obu wypadkach krzywe standardowe wykreślano w zakresie stężeń

od 0 do 5 ppm Mg z roztworu przygotowanego z taśmy magnezowej. Przebieg krzywych standardowych przedstawiono na rysunku 1.

Rozrzut punktów na krzywej przy zastosowaniu przystawki EK mieścił się w granicach od 0,00 do 0,35 E, charakteryzując się małymi przyrostami wartości ekstynkcji w miarę wzrostu stężenia magnezu. Dzięki zastosowaniu przystawki EK-5 i zwiększeniu czułości oznaczeń uzyskano zmianę przebiegu krzywej wzorcowej i zwiększenie przyrostu wartości ekstynkcji dla tych samych stężeń Mg od 0,00 do 2,00 E.

Do oznaczeń Mg w materiale roślinnym odmierzano do kolb miarowych na 50 ml — 5 ml roztworu po spaleniu, zadawano roztworami żół-



Rys. 1. Krzywe standardowe dla spektrofotometru Spekol (przystawki EK i EK-5)

Tabela 1

Zawartość magnezu w materiale roślinnym oznaczona metodą kolorymetryczną i metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w % a.s.m.

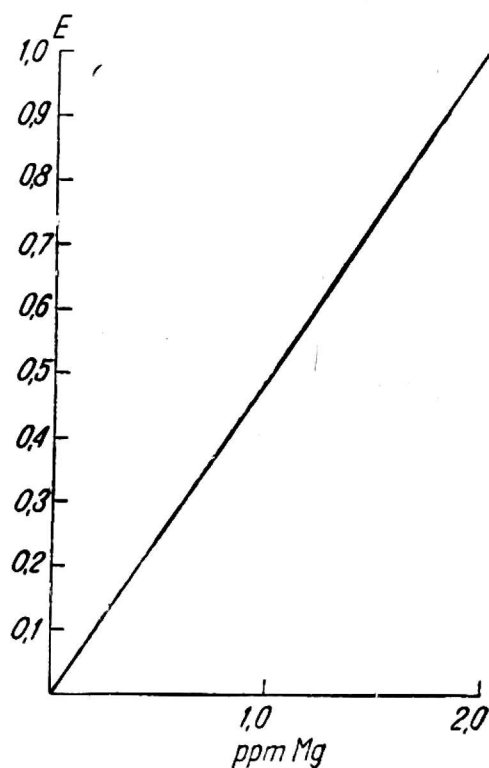
Lp.	EK-5	EK	ASA	Lp.	EK-5	EK	ASA
1	0,29	0,31	0,28	16	0,36	0,36	0,35
2	0,29	0,30	0,28	17	0,37	0,36	0,38
3	0,31	0,31	0,29	18	0,37	0,35	0,38
4	0,31	0,30	0,29	19	0,37	0,34	0,36
5	0,31	0,31	0,30	20	0,38	0,36	0,38
6	0,32	0,31	0,29	21	0,39	0,38	0,40
7	0,34	0,31	0,33	22	0,39	0,38	0,40
8	0,34	0,34	0,35	23	0,39	0,37	0,41
9	0,35	0,34	0,35	24	0,40	0,36	0,38
10	0,35	0,34	0,35	25	0,40	0,39	0,42
11	0,35	0,33	0,36	26	0,42	0,41	0,43
12	0,36	0,34	0,35	27	0,42	0,40	0,41
13	0,36	0,33	0,34	28	0,43	0,41	0,43
14	0,36	0,36	0,35	$\bar{x} =$	0,36	0,35	0,36
15	0,36	0,36	0,37				

cieni tytanowej i ługu sodowego, stosując alkohol poliwinylowy jako koloid ochronny [2]. Po upływie 30 min od momentu dopełnienia wodą kolb i wymieszania, roztwory kolorymetrowano dwukrotnie przy zastosowaniu poprzednio wymienionych przystawek. Zawartość magnezu w badanym materiale roślinnym przedstawiono w tabeli 1.

#### METODA ATOMOWEJ SPEKTROFOTOMETRII ABSORPCYJNEJ

Badania przeprowadzono na aparacie „Atomspek” firmy Hilger-Watts przy długości fali 2852 Å, o natężeniu prądu lampowego 4,5 mA i szczelinie 0,03 mm. Jako źródła wzbudzenia używano płomienia acetylenowo-powietrznego, stosując przepływ: powietrza = 11 l/min, acetyleny = 3 l/min.

Krzywa wzorcowa wykreślona dla stężeń od 0 do 2 ppm magnezu w roztworze posiadała przebieg prostolinijny w zakresie od 0,00 do 1,00 E (rys. 2).



Rys. 2. Krzywa standardowa dla ASA

Na roztworach wzorcowych zawierających 1 ppm magnezu przebadano wpływ szeregu anionów i kationów w ilościach 100 i 300 ppm na wartość ekstynkcji. Stwierdzono, że Ca—( $\text{CaCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), K—( $\text{KCl}$ ), Na—( $\text{NaCl}$ ), P—( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), N—( $\text{HNO}_3$ ), S—( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) i Cl—( $\text{HCl}$ ) nie powodowały zakłóceń w toku analitycznym przy wzbudzaniu roztworów w płomieniu acetylenowo-powietrznym, co zgodne jest ze spostrzeżeniami Allana [1].

Przeprowadzono również badania nad oznaczeniem dodanych, znanych

ilości magnezu. W tym celu do 5 roztworów uzyskanych po mineralizacji substancji roślinnej dodawano 0,2 względnie 0,5 ppm Mg (tab. 2).

Po dodaniu 0,2 ppm Mg średnie różnice oznaczeń wynosiły: dla metody ASA +5%, przy zastosowaniu przystawki EK-5 +10%, natomiast dla przystawki EK -10%. Analogiczne wartości przy dodatku 0,5 ppm Mg wynosiły odpowiednio: ASA +2%, EK-5 pełna zgodność i EK -4%.

Tabela 2

Odzysk dodanych ilości magnezu w ppm

Zawartość w próbce (%)	Dodano Mg	Znaleziono			Dodano Mg	Znaleziono		
		EK-5	EK	ASA		EK-5	EK	ASA
0,30	0,20	0,22	0,18	0,21	0,50	0,48	0,48	0,50
0,34	0,20	0,24	0,18	0,21	0,50	0,50	0,46	0,48
0,35	0,20	0,18	0,22	0,21	0,50	0,50	0,48	0,50
0,36	0,20	0,24	0,18	0,20	0,50	0,52	0,48	0,52
0,39	0,20	0,22	0,15	0,21	0,50	0,50	0,50	0,52
$\bar{x}$	—	0,22	0,18	0,21	—	0,50	0,48	0,51

Do oznaczeń zawartości magnezu w materiale roślinnym metodą ASA 5 ml roztworu po zmineralizowaniu rozcieńczano wodą destylowaną do objętości 100 ml. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 1.

#### ZAWARTOŚĆ MAGNEZU W MATERIALE ROŚLINNYM

Zawartość magnezu w badanym materiale oznaczona metodą kolorymetryczną na spektrokolorymetrze „Spekol” z przystawką EK-5 wahała się w granicach od 0,29% do 0,43% Mg i średnio dla 28 próbek wynosiła 0,36% Mg (tab. 1).

Ilości magnezu oznaczone za pomocą przystawki EK w przeważającej większości przypadków były niższe, a w nielicznych tylko identyczne, bądź wyższe od uzyskanych przy użyciu przystawki EK-5. Różnice te wyrażone w wartościach bezwzględnych wahały się w granicach od +0,02% do -0,04% Mg. Jeżeli przyjąć za 100 średnią zawartość magnezu oznaczoną za pomocą przystawki EK-5, to przy użyciu przystawki EK średnio uzyskano wartość 97 przy wahaniach w granicach od 90 do 107.

Wartości uzyskane metodą ASA w połowie wypadków były niższe, a w pozostałej części identyczne, bądź wyższe od uzyskanych metodą kolorymetryczną na EK-5. W wartościach bezwzględnych różnice te wahały się od +0,01% do -0,02% Mg. Metoda ASA wykazała dobrą zgodność z metodą kolorymetryczną (EK-5) wyrażającą się średnią wartością względną 99 przy wahaniach od 91 do 105.

## ПОДСУМОВАНИЕ

Прzeprowadzone badania nad porównaniem dwu metod oznaczania ilościowego magnezu w materiale roślinnym: kolorymetrycznej z żółcieniem tytanową (dwa sposoby pomiaru intensywności zabarwienia roztworu) i atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej sugerują, że:

1. a) Stosowanie przy pomiarach na spektrokolorymetrze „Spekol” przystawki EK z kuwetami o grubości warstwy 1 cm nie jest wskazane z uwagi na małe przyrosty wartości ekstynkcji w miarę wzrostu stężenia magnezu, co w konsekwencji w warunkach przeprowadzonych badań powodowało większe wahania w uzyskanych wynikach w porównaniu do pozostałych metod.

b) Zastosowanie do pomiarów przystawki EK-5 ze wzmacniaczem pozwoliło na uzyskanie korzystniejszego przebiegu krzywej wzorcowej, a co się z tym wiąże, bardziej precyzyjnych odczytów ekstynkcji badanych roztworów.

2. Metoda atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w przeprowadzonych badaniach wykazała dużą zgodność wyników analitycznych z metodą kolorymetryczną (EK-5). Biorąc pod uwagę jej mniejszą pracochłonność, należałoby ją preferować do oznaczeń masowych.

## LITERATURA

1. Allan J. E.: *Analyst* 83, 466, 1958.
2. Boratyński K., Roszykowska S., Ziętecka M.: *Zesz. probl. Post. Nauk rol.* z. 40a, 19, 1953.
3. Walsh A.: *Spectrochim., Acta* 7, 108, 1955.

ЭЛИГИУШ РОШЫК, СТЕФАНІЯ РОШЫК, ЗБІГНЕВ ТУРЫНА, МАРИЯ ЗЕНТЕЦКА

СРАВНЕНИЕ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА  
С МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ  
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ

## Резюме

На выбранном растительном материале проводились сравнительные опыты по определению содержания магния колориметрическим методом с титановым желтым при применении спектроколориметра „Спеколь” с приставками EK и EK-5 с методом атомной абсорбционной спектрофотометрии при применении фотометра „Атомспек”.

Установлено тесное сходство результатов опытов полученных с помощью атомной абсорбционной спектрофотокolorиметрии с полученными с помощью колориметрического метода при применении приставки EK-5. Авторы предпочитают в массовых измерениях метод атомной абсорбционной спектрофотометрии как менее трудоемкий.

ELIGIUSZ ROSZYK, STEFANIA ROSZYK, ZBIGNIEW TURZYNA, MARIA ZIĘTECKA

COMPARISON OF THE COLORIMETRIC METHOD  
WITH THE ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY METHOD  
FOR DETERMINING MAGNESIUM IN PLANT MATERIAL

S u m m a r y

On a selected plant material comparative tests aiming at the magnesium content determination were carried out. The results of measurements made by the colorimetric method at application of the „Spekol” spectrophotometer provided in the attachments EK and EK-5, were compared with those made by the atomic absorption spectrometry method (ASA) at use of the „Atomspek” photometer.

A close conformability of the test results obtained by the atomic absorption spectrometry method with those obtained by the colorimetric method at use of the attachment EK-5 has been found. The authors prefer in massy measurements the ASA method as less labour-consuming one.