

EDMUND SZYSZKO, BARBARA CHOJNICKA, INOCENTYNA KARKOCHA

PORÓWNANIE METODY SZCZAWIANOWEJ I FOTOMETRYCZNEJ PRZY OZNACZANIU WAPNIA W GROCHU

Z Zakładu Badania Żywności i Przedmiotów Użytku PZH

Stosowana w laboratoriach żywnościowych klasyczna metoda oznaczania wapnia przez strącanie kwasem szczawiowym i miareczkowanie nadmanganianem potasu uwolnionego kwasu szczawiowego (4, 5) jest procesem czasochłonnym. Zaistniała więc konieczność opracowania nowej metody oznaczania wapnia, szybkiej i dokładnej, nadającej się do oznaczeń seryjnych, niezbędnych np. przy opracowywaniu tablic wartości kalorycznych produktów żywnościowych.

Z metod opisywanych w piśmiennictwie (1, 2, 6) na uwagę zasługuje metoda oznaczania wapnia za pomocą fotometru płomieniowego, ze względu na jej kilkakrotnie większą szybkość oznaczeń w porównaniu z metodą szczawianową.

Fotometria płomieniowa polega na fotometrycznym pomiarze natężenia promieniowania, emitowanego przez pierwiastek metaliczny wprowadzony do płomienia palnika w postaci rozpylonego wodnego roztworu jego soli. Zakres oznaczanych pierwiastków obejmuje stężenia od 0,001 do 0,01³%.

Trudności w oznaczaniu wapnia tą metodą związane są z faktem, że emisja tego pierwiastka zależy w dużym stopniu od obecności innych towarzyszących substancji, które znajdują się w popiele roślinnym. Do nich należą przede wszystkim: P, S, N, Fe, Mg, Na i K. Stwierdzono również że największy wpływ na ilość wykrywanego wapnia w próbkach mają fosforany (1).

Trudności te usunąć można w rozmaity sposób:

1. Przez stosowanie odpowiednich roztworów, zawierających nadmiar fosforu w stosunku do wapnia tak, aby stosunek Ca: P przekroczył punkt krytyczny. Jest rzeczą zmienną, że emisja wapnia zmniejsza się liniowo wraz ze wzrostem zawartości fosforanów aż do pewnego punktu krytycznego, który stanowi charakterystyczny stosunek wapnia do fosforu. Poza tym punktem emisja wapnia jest niezależna od stężenia fosforanów. W piśmiennictwie (1, 2, 9, 10) można znaleźć rozbieżne zdania, podające Ca: P = 1:10, 1:1,3, 1:0,5 itp.

2. Przez strącanie fosforu azotanem cyrkonu.

3. Przez adsorbowanie wapnia w kolumnach kationowymiennych i oznaczanie po wymyciu z żywicy 5-n kwasem azotowym.

4. Przez stosowanie przystawki Beckmana zawierającej zamiast filtrów monochromator pryzmatowy pozwalający na wyodrębnienie z widma wąskich wiązek spektralnych.

W fotometrii płomieniowej spotykamy się z licznymi źródłami błędów. Do istotnych przyczyn zwiększających błąd w oznaczeniach zaliczyć należy zmiany ciśnienia powietrza i gazu palnego oraz różnice w lep-

kości roztworów badanych. W piśmiennictwie (7) można znaleźć wiele sposobów eliminacji tych błędów. Do jednego z nich należy stosowanie tzw. wzorca wewnętrznego (najczęściej Li) i dwóch fotoogniw, działających na zasadzie kompensacji.

W 1958 roku ukazała się w Rocznikach PZH (6) praca Klimczak i Bielińskiej pt. „Zastosowanie fotometru płomieniowego do oznaczeń wapnia w kościach szczurów doświadczalnych”, w której autorki wykazały, że metoda ta daje wyniki zgodne z metodą szczawianową natomiast przewyższa ją szybkością oznaczeń.

Wnioski te dotyczą kości, a więc materiału o dość prostym składzie chemicznym. Nas interesowało zagadnienie przydatności fotometru płomieniowego do oznaczeń wapnia w produktach żywnościowych. Badania nasze zostały przeprowadzone na roztworach uzyskanych ze zmineralizowanych próbek grochu polnego (materiał siewny z Warszawskiej Okręgowej Centrali Nasiennictwa), przy czym zastosowaliśmy przy oznaczeniu fotometrycznym wapnia szereg modyfikacji, biorąc pod uwagę złożony skład badanego produktu.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

A p a r a t u r a , o d c z y n n i k i

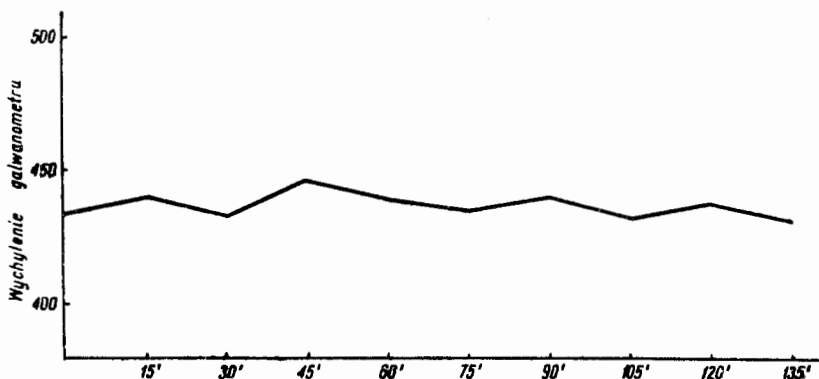
Pracę wykonano na fotometrze płomieniowym Carl Zeiss — Flammenphotometer Modell III. Jako gaz palny używany był acetylen oraz powietrze. Rozpylenie cieczy uzyskiwaliśmy za pomocą nasadki o średnicy 0,4 mm. Używany był filtr Ca 63J.

Celem zapewnienia nadmiaru fosforu w stosunku do wapnia używano dwóch roztworów ochronnych, przygotowanych w oparciu o dane z piśmiennictwa (2). Jeden z nich zawierał w 1 litrze 21 g stęż. kwasu ortofosforowego, 12,5 g stęż. kwasu siarkowego, 4,5 g stężonego kwasu azotowego, 0,1 g NaCl i 0,31 g KCl. Drugi roztwór tzw. podstawowy zawierał teoretycznie przybliżony skład popiołu roślinnego, obliczony na podstawie tablic wartości odżywczych produktów roślinnych (8). Na 1 litr tego roztworu odważono: 2,62 g stęż. H_3PO_4 , 2,6 stęż. H_2SO_4 , 6,7 g KCl, 0,34 g NaCl, 0,6 g Mg (wstęga), 0,1 g Fe (druz).

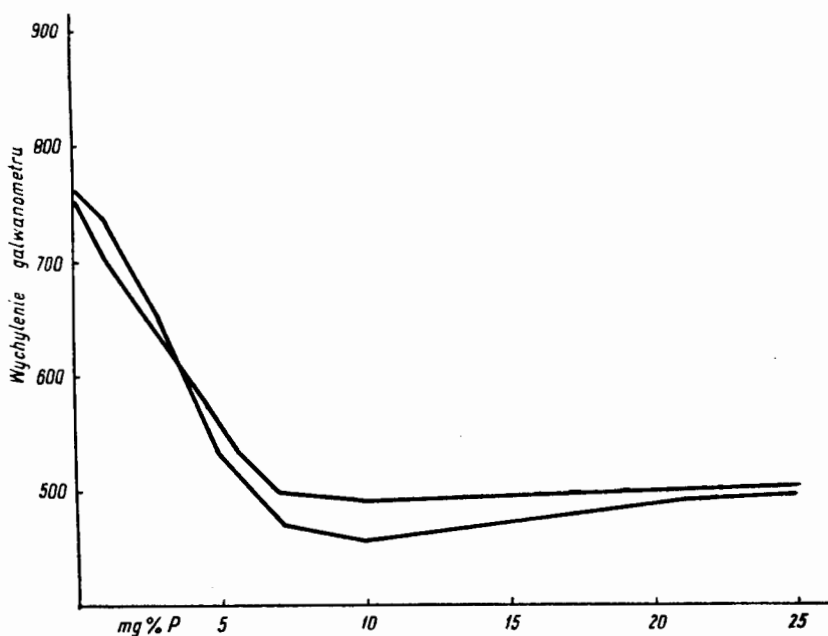
U s t a l e n i e w a r u n k ó w p r a c y f o t o m e t r u p ł o m i e n i o w e g o

W związku z opisanymi wyżej czynnikami, wpływającymi na dokładność oznaczeń fotometrycznych, przeprowadziliśmy szereg doświadczeń, które miały na celu dokładne ustalenie warunków pracy fotometru.

W celu zorientowania się, w jakim stopniu w zależności od czasu, ulega „zmęczeniu” fotoogniwo, wykonano szereg oznaczeń roztworu o tym samym stężeniu w odstępach 15-minutowych. Wykres na ryc. 1 charakteryzujący pracę fotoogniwa dowodzi, iż w zakresie 2 godzin praktycznie rzecz biorąc zmiany w odczytach są niewielkie i nie mogą wpływać na oznaczenie. Notowania wychyleń galwanometru przeprowadzaliśmy dopiero po 10-minutowym naświetlaniu fotoogniwa w ustalonych warunkach pracy (filtr, średnie stężenie roztworu Ca), jeśli przerwa w doświadczeniach wynosiła kilka lub więcej godzin.



Ryc. 1. Wykres obrazujący „zmezczenie” fotoogniwa (doświadczenie przeprowadzone na 0,0035% roztworze wapnia).



Ryc. 2. Krzywe otrzymane dla tego samego roztworu (10 mg⁰%) wapnia i zwiększającej się ilości fosforu.

Następnie zajęliśmy się sprawą ustalenia punktu krytycznego dla stosunku Ca : P.

Przedstawione wykresy na ryc. 2 można wytłumaczyć w następujący sposób: zasadniczo największy gwałtowny spadek emisji zaznacza się aż do momentu, kiedy stosunek Ca: P = 2 : 1, natomiast w obszarze, kiedy stosunek Ca: P = 1 : 1, są jeszcze pewne drobne wahania. Ustalenie się emisji wapnia wobec fosforu następuje przy wzajemnym stosunku ilościowym wyrażającym się liczbami 1 : 2. Ażeby przekonać się definitywnie, że istnieje taki punkt krytyczny dla stosunku wapnia i fosforu zostały przeprowadzone równoległe następujące doświadczenia: oznaczono na fotometrze roztwór popiołu grochu bez żadnych dodatków oraz roztwór popiołu z dodatkiem fosforu w nadmiarze. Otrzymane wyniki były

identyczne. Dowodzi to, że stosunek wapnia do fosforu w grochu jest równy lub większy niż 1:2.

Wspomniane we wstępie możliwości licznych błędów, mogących zaistnieć przy użyciu fotometru płomieniowego, usuwaliśmy częściowo za pomocą przysłony. Polegało to na tym, że co kilka pomiarów rozpylano 1 lub 2 roztwory wzorcowe i korygowano przysłoną wychylenia galwanometru do wysokości ustalonej dla krzywej wzorcowej. Usuwało to konieczność codziennego sporządzania krzywej i pozwalało na częstsze sprawozdanie istniejących warunków pracy do raz ustalonego „zera”. Uważaliśmy, że będzie to najbardziej właściwe kalibrowanie aparatu.

Przygotowanie roztworów do krzywej wzorcowej

Celem przygotowania wzorcowego roztworu wapnia odważono dokładnie na wadze analitycznej 0,640 g CaCO_3 , rozpuszczono w niewielkiej ilości wody, zawierającej 1,5 g stęż. HCl i rozcieńczono do kreski w kolbie miarowej na 250 ml. Roztwór ten zawiera 1 mg Ca w 1 ml.

Do kolbek miarowych na 250 ml odmierzone dokładnie odpowiednie ilości roztworu wzorcowego zawierające 1, 2, 4, 6, 8 i 10 mg Ca w 100 ml danego roztworu. Do każdej kolbki dodano 10 ml roztworu ochronnego i 20 ml roztworu podstawowego i dopełniono wodą redestylowaną do kreski. Roztworów tych używano do wyznaczenia krzywej dla oznaczeń fotometrycznych. W roztworach tych oznaczono także wapń metodą szczawianową.

Przygotowanie fotometru płomieniowego do oznaczeń

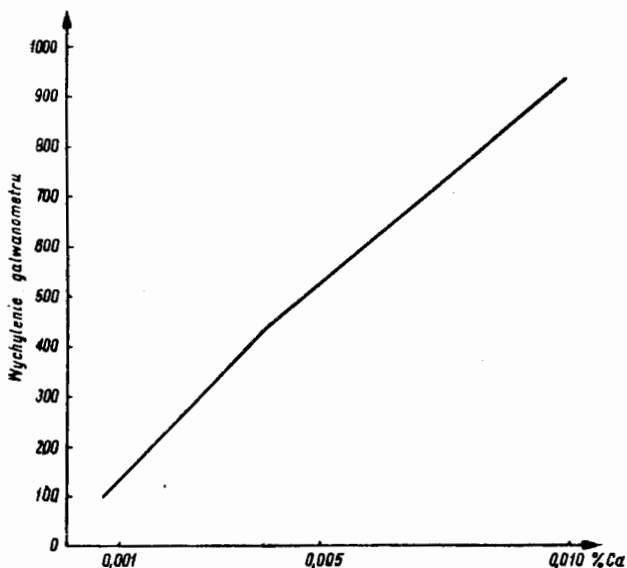
Przed przystąpieniem do pomiarów ustalono optymalne ciśnienie acetylenu. W tym celu dla tego samego roztworu CaCl_2 przy stałym ciśnieniu powietrza wynoszącym 0,4 kG/cm^2 zmieniano ciśnienie acetylenu od 10 do 30 mm słupa wody co kilka milimetrów i notowano wychylenia galwanometru. Na tej podstawie został sporządzony wykres, z którego można dokładnie odczytać optymalne ciśnienie acetylenu, za które przyjmujemy pierwsze maksimum. Przy każdej zmianie butli dobieraliśmy na nowo optymalne ciśnienie acetylenu. Wynosiło ono kolejno: 27, 21, 18 mm słupa wody.

Następnie ustalano tzw. wychylenie wodne przez rozpylanie wody redestylowanej, które wynosiło 17 — 18 kresek na skali galwanometru, przy stosowaniu tego samego filtra Ca 63J .

Badanie roztworów wzorcowych i przygotowanie krzywej

Rejestrację wychyleń galwanometru dla serii roztworów rozpoczynano od najbardziej stężonego roztworu wzorcowego (10 mg Ca w 100 ml roztworu) po to, ażeby wynik mieścił się w ramach skali. Następnie badano pozostałe roztwory, począwszy od najmniejszego stężenia. Po każdym

roztworze rozpylano wodę redestylowaną celem przemycia aparatu, aż do momentu uzyskania pierwotnego wychylenia wodnego. Dla każdego roztworu notowano wychylenia przy trzecim otwarciu migawki. Ten sposób postępowania stosowano przy wszystkich odczytach. Celem wykreślenia krzywej odejmowano od każdego wyniku, odczytanego na skali galwanometru, wychylenie wodne. Przebieg krzywej wzorcowej ilustruje ryc. 3. Z każdego roztworu serii wzorcowej pobrano jednocześnie



Ryc. 3.

próbki do oznaczeń wapnia metodą szczawianową. Dalszy ciąg badań dotyczył oznaczeń wapnia metodą fotometryczną, opisaną wyżej w roztworach wzorcowych o stężeniach możliwych do określenia metodą fotometryczną, tzn. w zakresie od 0,001 do 0,01% i ustalenia błędu metody. Wyniki tych badań podane są w tabelach I i II.

Tabela I

Oznaczanie wapnia w roztworach wzorcowych za pomocą metody szczawianowej

Zawartość Ca mg %	Wyniki				Średnia arytm.	% błędu
1,0	1,08	1,0	0,96	0,99	1,0	0
4,0	4,05	4,04	4,0	4,0	4,02	+ 0,5
10,0	10,36	10,30	10,56	10,58	10,43	+ 4,3

Jak wynika z tabel metoda szczawianowa daje błąd względny zawarty w granicach od 0 do + 4,3%, natomiast metoda fotometryczna — w granicach + 0,7 do — 2,8%.

Tabela II

Oznaczanie wapnia w roztworach wzorcowych za pomocą fotometru płomieniowego

Zawar- tość Ca mg %	W y n i k i				Srednia arytm.	% błędu
1,0	1,13	1,06	0,91	0,93	1,007	+ 0,7
4,0	4,10	4,00	3,91	3,64	3,91	- 2,25
10,0	9,84	9,57	9,78	9,68	9,72	- 2,80

B a d a n i e g r o c h u

Celem dalszego porównania metod przeprowadzono oznaczenie wapnia w grochu suchym. Odważono ok. 100 g grochu w uprzednio doprowadzonych do stałej wagi tyglach kwarcowych. Spopielano na małym palniku Bunsena, a następnie spalono w piecu muflowym w temp. 560°. Po rozpuszczeniu popiołu w 10% -owym kwasie solnym przesączono ilościowo przez mały sączek do kolby miarowej na 100 ml i dopełniono do kreski wodą redestylowaną. Z tego roztworu pobierano odpowiednie ilości ml (zawierające takie stęż. Ca, które odpowiada zakresowi stężeń krzywej wzorcowej) do kolbek na 250 ml, dodawano roztworu ochronnego po 10 ml (roztworu podstawowego już nie dodawano, ponieważ zastępuje go popiół) i dopełniano do kreski. Z tych kolbek pobierano próbki do oznaczeń wapnia obydwoma metodami. Następnie przygotowano dalsze roztwory w ten sposób, że do roztworu popiołu z grochu przed uzupełnieniem wodą dodawano znaną ilość wapnia (z roztworu wzorcowego wapnia) celem przeprowadzenia kontroli odzyskiwania wapnia wobec materiału roślinnego (tab. III i IV).

Tabela III

Oznaczanie wapnia w grochu z dodatkiem wapnia — metoda szczawianowa

Ilość Ca w grochu mg%	Ilość Ca w grochu razem z Ca doda- nym mg%	Ilość Ca wy- kryta mg%	Różnica	% różnicy
74,9	167,1	167,3	0,2	+ 0,1
71,8	127,9	132,4	4,5	+ 3,4
74,4	140,9	146,2	5,3	+ 3,7

Tabela IV

Oznaczanie wapnia w grochu z dodatkiem wapnia — fotometr płomieniowy

Ilość Ca w grochu mg%	Ilość Ca w grochu razem z Ca doda- nym mg%	Ilość Ca wy- kryta mg%	Różnica	% różnicy
64,3	158,7	167,6	8,9	+ 5,6
60,0	116,9	121,3	4,4	+ 3,7
63,8	160,5	175,2	14,7	+ 9,1

U s u w a n i e f o s f o r a n ó w

Druga część pracy dotyczyła strącania fosforu azotanem cyrkonu. W tym celu przeprowadzono dwa doświadczenia. Jedno polegało na badaniu fotometrycznym roztworów wzorcowych Ca o stężeniu 0,001%, 0,002% i 0,003% bez dodatku P i $Zr(NO_3)_4$ oraz z dodatkiem P i strącaniem za pomocą $Zr(NO_3)_4$ (11). Drugie doświadczenie dotyczyło oznaczenia wapnia w grochu metodą szczawianową i fotometryczną bez strącania i ze strącaniem fosforu za pomocą $Zr(NO_3)_4$.

Roztwór 2%-owy $Zr(NO_3)_4$ przygotowywano w ten sposób, że określoną odważkę zawieszano początkowo w wodzie, do której dodawano niewielką ilość stęż. kwasu azotowego i całość ostrożnie ogrzewano nie przekraczając temperatury 80°, gdyż w temp. 100° azotan cyrkonu rozkłada się. Po całkowitym rozpuszczeniu sączone roztwór przez sączek z bibuły i przesącz rozcieńczano do odpowiedniej objętości.

Popiół z grochu rozpuszczano w kwasie solnym i po odparowaniu do sucha dodawano odpowiednią ilość 0,1-n HNO_3 , po czym ogrzewano na łaźni wodnej aż do rozpuszczenia wszystkich soli, a następnie po przesączeniu do kolbek miarowych uzupełniono do kreski 0,1-n HNO_3 . Do odpowiednich ilości tego roztworu dodawano nadmiaru 2%-owego $Zr(NO_3)_4$. Po 20 minutach ogrzewania na łaźni wodnej mieszaninę studzono, a następnie sączone przez lejek Schotta 3G4, przemywając osad kilkakrotnie wodą. Przesącz uzupełniony wodą do odpowiedniej objętości był przedmiotem dalszych badań.

W tabeli V podano wychylenie galwanometru przy oznaczaniu wapnia metodą fotometryczną w roztworach wzorcowych bez dodatku fosforu i azotanu cyrkonu oraz z dodatkiem fosforu i azotanu cyrkonu.

Tabela V

Fotometryczne oznaczenia wapnia z dodatkiem fosforu strącanym azotanem cyrkonu oraz bez dodatku fosforu i azotanu cyrkonu

Stężenie wapnia w %	Wychylenie galwanometru	
	Fosfor strącany azotanem cyrkonu	Bez dodatku fosforu i $Zr(NO_3)_4$
0,001	215	200
0,002	378	366
0,003	568	576

Ilości wapnia w grochu, otrzymane metodą fotometryczną i szczawianową z zastosowaniem i bez zastosowania $Zr(NO_3)_4$, podane są w tabeli VI.

OMÓWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

1. Warunki stosowania metody fotometrycznej bez usuwania fosforanów

Doświadczalnie ustalono, że przy oznaczaniu metodą fotometryczną muszą być zastosowane ściśle warunki, a przede wszystkim zapewniona nadwyżka fosforu w stosunku do wapnia, wyrażona jako $Ca : P = 1 : 2$.

Tabela VI

Zestawienie otrzymanych wyników oznaczania Ca w grochu

Metoda szczawianowa		Metoda fotometryczna	
Z nadmiarem fosforu mg%	Po strąceniu P azotanem cyrkonu mg%	Z nadmiarem fosforu mg%	Po strąceniu P azotanem cyrkonu mg%
Średnio 74,8	76,05	61,7	79,8
71,8	73,7	59,1	76,3
74,4	73,8	60,0	76,5
74,9	77,4	61,3	79,0
75,7	79,3	63,8	81,4
77,4		64,3	82,1
			83,6

Krzywa wzorcowa powinna być oznaczona w obecności tych pierwiastków, które będą się znajdować w roztworze badanym w zbliżonych ilościach. Stwarza to duże trudności i stanowi niebezpieczeństwo nieprzewidzianego zwiększania się błędu metody, przy oznaczaniu wapnia w produktach o niezupełnie znanym składzie.

Podobną ocenę sugerują niektórzy autorzy jak np. *Hemingway* (3), który podaje, że „z powodu wpływu małych ilości fosforanów fotometryczny pomiarowy nie może być używany do dokładnego oznaczania wapnia w ekstraktach popiołu roślinnego”.

Inni autorzy natomiast np. *Leyton* (1) uznają zgodności między metodą szczawianową a fotometryczną, nawet w zakresie 5% za wystarczające.

2. Dodatkowe uwagi w sprawie metody szczawianowej

Po wielokrotnym stosowaniu metody szczawianowej nasuwają się praktyczne wnioski i zalecenia dla poprawienia dokładności tej metody. Otóż należy pamiętać, żeby miareczkować nadmanganianem potasu tylko do pierwszego dającego się zaobserwować przez 15 sek. różowego zabarwienia. Trwałe różowe zabarwienie jest oznaką wyraźnego przemiareczkowania. Dlatego miareczkowanie należy przeprowadzać tylko przy dobrym dziennym oświetleniu. Następnie ślepa próba powinna zawierać nie tylko, jak podaje AOAC (5), kwas siarkowy, ale powinna być przeprowadzana równoległe z roztworem badanym i zawierać wszystkie jego składniki prócz wapnia. Nasze ślepe próby zawierały więc zarówno roztwór ochronny, jak i podstawowy i były oznaczane w identyczny sposób, jak odnośne roztwory, zawierające wapń, tzn. dodawano kwas szczawowy, odmywano, sączono itd. Celem lepszego zorientowania podajemy: dla miareczkowania kwasu siarkowego (ślepa próba wg AOAC) używano 0,3 — 0,5 ml 0,01-n KMnO_4 , natomiast wg sposobu podanego wyżej 1,5 ml.

3. Zastosowanie metody fotometrycznej do oznaczania Ca w materiale roślinnym bez usuwania fosforanów

Wyniki otrzymane z oznaczenia wapnia w grochu obydwiema metodami dają szereg liczb o różnicy istotnej (tab. VII), tak że tych szeregów nie można ze sobą porównywać. Zatem należałoby uznać, że metoda fotometryczna bez usuwania fosforanów nie nadaje się do oznaczania wapnia w tego rodzaju materiale roślinnym.

4. Odzyskiwanie wapnia w próbkach grochu z dodatkiem wapnia

Tego rodzaju doświadczenia świadczą także na niekorzyść metody fotometrycznej, która daje w tym wypadku błąd dwa razy większy niż szczawianowa (tab. III i IV).

5. Zastosowanie metody fotometrycznej z jednoczesnym usuwaniem fosforanów

Zastosowanie azotanu cyrkonu do strącania fosforanów w metodzie fotometrycznej dało wyniki bardziej zachęcające do stosowania jej w praktyce.

Badania na wzorcach (tab. V) wykazały co prawda wzrost wychyleń galwanometru w doświadczeniu z dodatkiem P i strącaniem go następnie

Tabela VII

Statystyczna ocena wyników

Charakterystyka	Metoda szczawianowa	Metoda fotometryczna	Metoda szczawianowa	Metoda fotometryczna
	bez usuwania fosforu		po strąceniu fosforu azotanem cyrkonu	
Średnia arytmetyczna \bar{x}	74,8	61,7	76,05	79,8
Suma kwadratów odchyleń od średniej $\sum (x_n - \bar{x})^2$ arytmetycznej	16,74	21,18	22,98	44,47
Stopnie swobody $n - 1$	4	4	3	5
Średni błąd średniej arytm. $\Sigma(x) \sqrt{\frac{\Sigma(x_n - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$	0,92	1,03	1,38	1,22
Średnia aryt. podana z precyzją 3 sigm. $\bar{x} \pm 3 \Sigma(\bar{x})$ (przedział ufności)	74,8 \pm 2,76	61,7 \pm 3,09	76,05 \pm 4,14	79,8 \pm 3,66
Liczba Studenta $t = \frac{[x_1 - \bar{x}_2]}{\sqrt{\Sigma(x_1)^2 + \Sigma(x_2)^2}}$	$t = 9,3$ t z tablic = 2,306 dla $n = 8$ i $P = 0,05$ Wniosek: Różnica istotna		$t = 2,06$ t z tablic = 2,306 dla $n = 8$ i $P = 0,05$ Wniosek: Różnica nieistotna	

Zr (NO₃)₄, w stosunku do analogicznych badań bez dodatku fosforu i azotanu cyrkonu, ale w odniesieniu do stężeń Ca w roztworze wzorcowym — większego znaczenia to nie posiada.

Natomiast w grochu (tab. VI) ilości wapnia wykryte metodą szczawianową i fotometryczną po strąceniu fosforu są do siebie zbliżone. Przyjmując metodę szczawianową jako metodę odniesienia dla metody fotometrycznej, można łatwo zauważyć, że różnica między wynikiem otrzymanym metodą szczawianową i fotometryczną bez strącania fosforu w jednej i drugiej metodzie, wynosząca 16,5% spada do 4,9% po zastosowaniu strącania fosforu azotanem cyrkonu. Różnica ta jest nieistotna (tab. VII) i w związku z tym metody te są porównywalne.

6. Wniosek końcowy

W warunkach podanych wyżej, tzn. przy usuwaniu fosforanów za pomocą azotanu cyrkonu, metoda fotometryczna spełnia rolę szybkiej metody oznaczania wapnia w grochu z dokładnością do 5% (tab. V i VI) dla stężeń rzędu 0,001%.

Э. Шишко, Б. Хейницка, И. Каркоха

СРАВНЕНИЕ ШАВЕЛЕВОГО И ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КАЛЬЦИЯ В ГОРОХЕ

Авторы определяли кальций в горохе марганцеометрическим методом и при помощи пламенного фотометра. Подробно разработан фотометрический метод применения различные модификации, относящихся к приготовлению типичных кривых, а также удаления мешающих элементов. Результат проделанного статистического анализа привел к заключению что обработан фотометрический метод позволяет определить количественно кальций в горохе с точностью 5% для количества ряда 0,001.

E. Szyszko, B. Chojnicka, I. Karkocha

COMPARISON OF OXALATE METHOD AND PHOTOMETRIC METHOD FOR THE DETERMINATION OF CALCIUM IN PEAS

Estimations of calcium in peas were carried out by means of manganese-metric method and by means of flame photometer. The photometric method has been elaborated in detail, employing various modifications concerning the preparation of standard curve and the removal of disturbing substances. As a result of the carried out statistical analysis it was stated that the elaborated photometric method to determine quantitatively calcium in peas with the accuracy of 5% for the 0.001% order.

PIŚMIENNICTWO

1. Leyton L.: The Analyst, 79, 497, 1954. — 2. Bovay E.: Mitt., 6, 46, 1955. — 3. Hemingway R.: The Analyst, 81, 164, 1956. — 4. Hiszpańska C. i in.: Roczniki PZH, VII, 43, 1956. — 5. Official Methods of Analysis AOAC, 6, 1950. — 6. Klimczak Z., Bielińska Z.: Roczniki PZH, IX, 359, 1958. — 7. Gross St.: Optyczne metody analityczne, Warszawa, PZWL, 1955. — 8. Rudowska — Koprowska J.: Tablice wartości odżywczych produktów spożywczych, Warszawa, PZWL, 1954. — 9. Cooley M. L.: Cereal Chemistry, 30, 1, 39, 1953. — 10. Chen P. S., Toribara T. Y.: Analyt. Chem., 25, 11, 1642 1953. — 11. Krauze S., Olędzka R.: Roczniki PZH, 1, 2, 1959.