

VLIV OBSAHU CHLORIDŮ V ŽELATINÁCH NA STANOVENÍ OBSAHU ŽELEZA

JAROSLAV BENEŠ

Katedra fyzikální chemie Vysoké školy chemicko-technologické v Pardubicích

Při stanovení obsahu železa v biologickém materiálu mohou nastat jeho ztráty během zpopelňování. Tyto ztráty mohou být způsobeny jednak interakcí popele s materiálem kelímku (křemenem nebo porculánem) [1], především však přítomností halogenů, neboť při spalování vznikají halogenidy železa, které těkají právě při teplotách žhání [2, 3]. K vyloučení těchto chyb při stanovení se používá přídavku uhlíčitanu vápenatého, hydroxydu sodného nebo kyseliny dusičné, sírové a chloristé [3, 4].

V želatinách, které mají sloužit k fotografickým účelům, je dovolen určitý maximální obsah železa. Stanovení obsahu železa patří tedy spolu se stanovením fotochemických a ostatních fyzikálně chemických vlastností k základním kontrolním zkouškám. Užitím korelačního počtu bylo studováno, zda při obvyklém způsobu stanovení obsahu železa nejsou výsledky ovlivňovány přítomností chloridů, jejichž obsah je v želatinách obvykle řádově vyšší než obsah železa.

Experimentální část

U všech 66 studovaných želatin byl stejným způsobem stanoven jak obsah chloridů tak i obsah železa. Obsah chloridů byl stanoven v hydrolysátu želatiny potenciometrickou titrací dusičnanem stříbrným a obsah železa po spálení želatiny v popelu kolorimetricky (rhodanidem amonným). Spalování želatiny bylo prováděno tak, že želatina byla opatrně zuhelněna ve velkém porculánovém kelímku. Když ustal zřetelný vývin plynů, byla pokropena koncentrovanou kyselinou dusičnou (cca 1 ml na 1 g) a bylo dokončeno spalování v peci.

Výsledky a diskuse

V tab. 1 jsou naměřené hodnoty sestaveny zavedením skupinových intervalů do zkrácené korelační tabulky. Znak X je obsah chloridů v %, znak Y obsah železa v %. Z tab. 1 byla vypočtena všechna potřebná data k výpočtu korelačního koeficientu a konstant regresních přímek.

Vypočtené rovnice regresních přímek, vyjadřující závislosti Y na X a X na Y, jsou

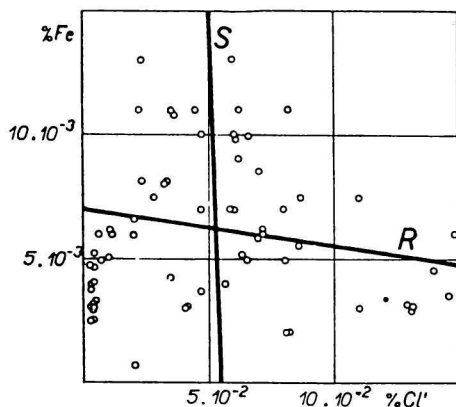
$$\bar{Y} = 7,0 \cdot 10^{-3} - 0,014 X \quad (R)$$

$$\bar{X} = 5,4 \cdot 10^{-2} - 0,599 Y \quad (S)$$

První rovnicí je analyticky vyjádřena závislost průměrného obsahu železa \bar{X} na obsahu chloridů X u fotografických želatin. Druhou rovnicí je analyticky vyjádřen vztah průměrného obsahu chloridů \bar{Y} k obsahu železa Y.

Tab. 1. Pozorované vztahy mezi obsahem železa a obsahem chloridů v želatinách

střední skupinových X % intervalů	1,5 · 10 ⁻³	4 · 10 ⁻³	6,5 · 10 ⁻³	9 · 10 ⁻³	11,5 · 10 ⁻³	14 · 10 ⁻³	f _X
1,5 · 10 ⁻²	3	13	5	1	1	1	24
4,0 · 10 ⁻²		4	2	3	3		12
6,5 · 10 ⁻²		3	5	5	1	1	15
9,0 · 10 ⁻²	2	1	3		1		7
11,5 · 10 ⁻²		1	1				2
14,0 · 10 ⁻²		5	1				6
f _Y	5	27	17	9	6	2	66



Obr. 1. Korelace mezi obsahem železa a obsahem chloridů v želatinách.

při stanovení obsahu železa v želatinách nedochází při použití daného předpisu k jeho ztrátám během zpopelňování vznikem těkavých chloridů. Ztráty by se musely projevit sklonem regresních přímk a větší absolutní hodnotou korelačního koeficientu. Chyby, které by mohly vzniknout při stanovení ztrátami železa vlivem chloridů, jsou tedy vyloučeny přidávkem koncentrované kyseliny dusičné, což je v souladu s experimentální prací Jacksona [3].

Obě regresní rovnice jsou na obr. 1 vyjádřeny přímkami R a S.

Z průběhu těchto přímk je zřejmé, že zvolená hodnota X prakticky nepůsobí na aritmetický průměr \bar{Y} a není tedy mezi nimi žádná korelace. Podobně je tomu i opačně. To, že neexistuje mezi oběma proměnnými korelace, dokazuje i hodnota korelačního koeficientu:

$$r = -0,03.$$

Podle statistických výpočtů dá se tedy usuzovat na to, že

Souhrn

Užitím korelačního počtu byl prostudován vliv obsahu chloridů v želatinách na stanovení obsahu železa. Byly vypočítány rovnice regresních přímek R a S a hodnota korelačního koeficientu. Bylo zjištěno, že neexistuje korelace mezi obsahem chloridů a obsahem železa v želatinách. Ztráty železa při jeho stanovení v želatinách jsou eliminovány přidavkem kyseliny dusičné před spalováním vzorku.

ВЛИЯНИЕ ХЛОРИДОВ В ЖЕЛАТИНЕ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

ЯРОСЛАВ БЕНЕШ

Кафедра физической химии Высшей химико-технологической школы в Пардубицах

Выводы

При применении корреляционного исчисления было изучено влияние содержания хлоридов в желатине на определение железа. Были высчитаны уравнения регрессных прямых R и S и значение корреляционного коэффициента. Было выяснено, что между содержанием хлоридов и содержанием железа в желатине корреляции не существует. Потери железа при его определении в желатине являются устраненными придачей азотной кислоты перед сжиганием проб.

Поступило в редакцию 10. II. 1956 г.

EINFLUSS DES CHLORIDGEHALTS IN GELATINEN AUF DIE BESTIMMUNG DES EISENGEHALTS

JAROSLAV BENEŠ

Lehrstuhl für physikalische Chemie an der Chemisch-Technologischen Hochschule in Pardubice

Zusammenfassung

Durch Anwendung der Korrelationsrechnung wurde der Einfluss des Chloridgehalts in Gelatinen auf die Bestimmung des Eisengehalts einem Studium unterworfen. Es wurden die Gleichungen der Regressionsgeraden R und S berechnet, desgleichen der Wert des Korrelationskoeffizienten. Es wurde festgestellt, dass zwischen dem Chloridgehalt und dem Eisengehalt in Gelatinen keine Korrelation besteht. Die Eisenverluste bei der Eisenbestimmung in Gelatinen werden durch einen Salpetersäurezusatz vor dem Verbrennen des Musters eliminiert.

In die Redaktion eingelangt den 10. II. 1956

LITERATURA

1. Sandell E. B., *Colorimetric Determination of Traces of Metals*, New York 1944, 276.
2. Jureček M., *Organická analýza*, Praha 1950, 104.
3. Jackson S. H., *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 10, 302 (1938).
4. Hoffman C., Schweitzer T. R., Dalby G., *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 12, 454 (1940).

Došlo do redakcie 10. II. 1956