

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Název: Stanovení oxidu siřičitého ve víně

Návod na práci

Zadání: Stanovte jodometricky obsah volného a vázaného oxidu siřičitého ve víně v mg/l.

Teorie

Síření vína patří k nejstarším technologickým operacím při výrobě vína. Síření je aplikace různých dávek SO₂ do moštu a vína, čímž se víno stabilizuje. Jelikož příliš vysoký obsah SO₂ je ze zdravotního hlediska nevhodný, je nezbytné kontrolovat jeho obsah ve víně. Ve víně lze stanovit celkový a volný oxid siřičitý. Volný oxid siřičitý je ve formě kyseliny siřičité. Vázaný oxid siřičitý je ve víně vázán na různé látky, které jsou schopny jej vázat. Z této vazby jej lze uvolnit alkalickou hydrolyzou. Celkový oxid siřičitý je součtem volného a vázaného oxidu siřičitého.

Stanovení volného SO₂ je založeno na přímé jodometrické titraci, při které se volný SO₂ oxiduje jodem podle rovnice:



Stanovení celkového SO₂ je založeno na poznatku, že vázaná forma SO₂ podléhá v alkalickém prostředí hydrolyze, přičemž se uvolňují siřičitanové ionty přímo stanovitelné titrací roztokem jódu. Průběh titrace je stejný jako u volného SO₂, ale titrujeme již obě formy (volný i vázaný SO₂).

Pomůcky: váhy, lodičky, odměrné baňky (100, 250, 500 ml), kádinky, skleněná tyčinka, jódová titrační baňka, odměrný válec, byreta, laboratorní stojan, svorka, držák, pipety, pipetovací balónek

Chemikálie:

- 25 % roztok H₂SO₄: 26 ml 98 % H₂SO₄ (ρ₂₀ = 1,84 kg/dm³) se pomalu přilije k 74 ml destilované vody. Po smíchání se roztok musí ochladit.
- 0,01 M roztok I₂: 2,6 g resublimovaného jódu (I₂) se rozpustí ve 100 ml 25 % KI a doplní se do 1000 ml odměrné baňky deionizovanou vodou. Roztok se uschovává v tmavé láhvi.
- 0,5 % škrobový maz: 0,5 g škrobu se rozmíchá ve 100 ml studené vody a vaří se cca. 2 minuty. Roztok se uchovává v chladničce nebo se konzervuje přidávkem 10 mg HgI₂, případně se vydělavá do nasyceného roztoku NaCl.
- 10% roztok KI: roztok se připraví těsně před analýzou, nikdy ne do zásoby

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



- 0,1 M roztok thiosíranu sodného: 24,8 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí v destilované vodě a doplní se do 1000 ml odměrné baňky po rysku. Roztok se následně standardizuje dichromanem draselným.
- 1/60 M standardní roztok dichromanu draselného: přesný návazek (0,4904 g; nebo zapsat návazek) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ vysušeného při 130 °C se rozpustí v malém množství destilované vody, kvantitativně se přeneso do 100 ml odměrné baňky a doplní se po rysku.
- 1 M roztok NaOH: připraví se rozpuštěním 40 g NaOH ve vodě a doplní se do 1000 ml.
- vodný roztok acetaldehydu o koncentraci 8 g/l.

Postup

Standardizace 0,1 M roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

1. Do jodové titrační baňky přidejte 15 ml 10% roztoku KI, 5 ml 25% H_2SO_4 a 100 ml deionizované vody.
2. Za stálého míchání přidejte pipetou 20 ml standardního 1/60 M roztoku $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
3. Banku uzavřete a nechte stát 15 minut (vyloučí se hnědý jód).
4. Potom přidejte škrobový maz (5 ml) a titrujte 0,1 M roztokem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do vymizení černo-modrého zbarvení.



Standardizace 0,01 M roztoku I_2

1. Do titrační baňky napipetujte 25 ml 0,01 M odměrného roztoku I_2 a cca 10 ml 25 % H_2SO_4 .
2. Směs zřeďte destilovanou vodou na cca 100 ml a titrujte standardizovaným roztokem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ na indikátor škrob (5 ml) do vymizení modro-černého zbarvení.



Úprava vzorku

1. Při stanovení SO_2 v červených vínech se kvůli jednoduššímu rozlišení bodu ekvivalence vzorek vína přiměřeně ředí (nejčastěji 1:1 – pipetuje se 25 ml vína a 25 ml destilované vody). Ve výpočtu se zohlední ředění.
2. **Poznámka:** Vína je nutno do reakce pipetovat tak, aby se co nejméně vířila (špička pipety na dno titrační baňky a nechat pomalu vytéct). Přílišným mícháním se SO_2 ze vzorku ztrácí.

Stanovení volného SO_2

1. Do titrační baňky odpipetujte 50 ml vína tak, aby se konec pipety dotýkal dna baňky.
2. Přidejte 10 ml 25% roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.

- Titrujte roztokem I_2 (0,01 mol/l) do modro-černého zabarvení, které se udrží 15 s. Objem spotřebovaného odměrného roztoku v ml označte V_a .
- Stanovení opakujte ještě 2x.

Stanovení celkového SO_2

- Do titrační baňky odpipetujte 50 ml vína a 25 ml roztoku NaOH (1 mol/l). Banku přikryjte a nechte stát 15 minut.
- Přidejte 15 ml 25% roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.
- Titrujte roztokem I_2 (0,01 mol/l) do modro-černého zabarvení, které se udrží 15 s. Objem spotřebovaného odměrného roztoku v ml označte V_b .
- Stanovení opakujte ještě 2 x.

Stanovení SO_2 s odpočtem

- Do titrační baňky odpipetujte 50 ml vína tak, aby se konec pipety dotýkal dna baňky.
- Ke vzorku přidejte 5 ml roztoku acetaldehydu a nechte stát 15 minut.
- Potom přidejte 10 ml 25% roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.
- Titrujte roztokem I_2 (0,01 mol/l) do modrého zabarvení, které se udrží 15 s. Objem spotřebovaného odměrného roztoku v ml označte V_c .
- Stanovení opakujte ještě 2 x.
- Ze získaných údajů vypočítejte obsah celkové a volné kyseliny siřičité v mg/l bílého vína.

Nakládání s chemickými látkami

Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
I_2	0,05 mol/l roztok	H332, H312, H315, H400	P273, P280, P304, P340, P302, P352
$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	0,1 mol/l roztok	---	---
NaOH	Pevná	H290, H314	P234, P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
KI	Pevná	H372	P260, P264, P270, P314, P501
$K_2Cr_2O_7$	Roztok, indikátor	H272, H302, H314, H317, H331, H334, H335, H340, H350, H360fd, H373, H410	P210, P273, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
Acetaldehyd	Kapalina	H224, H319, H335, H341, H350	P202, P210, P233, P305 + P351 + P338,

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
			P308 + P313, P403 + P233
H ₂ SO ₄	25 % roztok	H290, H314	P234, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338, P363
Škrobový maz	Roztok, indikátor	---	---

Zdroje rizik a vyhodnocení závažnosti rizika

Thiosíran sodný nepatří mezi nebezpečné chemikálie. Jód je zdraví škodlivý při vdechování a při kontaktu s pokožkou. Je vysoce toxický pro vodní organismy. Žáci pracují jen se zředěnými roztoky jódu. Žáci pracují se zředěnými roztoky kyselin. Dichroman draselný je toxický a může způsobovat genetické poškození a rakovinu. Žáci s tuhou látkou nepřicházejí do kontaktu, zředěný roztok indikátoru připraví předem laborant. Přijatelné riziko při používání osobních ochranných prostředků (plášť, rukavice, brýle).

Způsob nakládání s odpady

Zbytky chemikálií vylijte do připravených nádob. Rozbité sklo vložte do určené nádoby. Zbylý standardní roztok nevracejte zpět do zásobních lahví.

Opatření k omezení rizika

Zabraňte uvolňování jódu do životního prostředí. Při kontaktu s jódem se nevystavujte dlouhodobé nebo opakované expozici. Umyjte si kůži velkým množstvím vody a mýdla.

Pracovní list

Experimentální údaje

1. Zaznamenejte objem odměrného roztoku thiosíranu sodného na $K_2Cr_2O_7$.

Titrace	V($Na_2S_2O_3$) [ml]
1	
2	
3	

2. Zaznamenejte objem odměrného roztoku thiosíranu sodného použitého při standardizaci roztoku jódu.

Titrace	V($Na_2S_2O_3$) [ml]
1	
2	
3	

3. Zaznamenejte objem odměrného roztoku jódu použitého při stanovení volného SO_2

Titrace	V(I_2) [ml]
V_{a1}	
V_{a2}	
V_{a3}	

4. Zaznamenejte objem odměrného roztoku jódu použitého při stanovení celkového SO_2

Titrace	V(I_2) [ml]
V_{b1}	
V_{b2}	
V_{b3}	

5. Zaznamenejte objem odměrného roztoku jódu použitého při stanovení SO₂ odpočtem

Titrace	V(I ₂) [ml]
V _{c1}	
V _{c2}	
V _{c3}	

Výpočty

1. Vypočítejte přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného.
2. Vypočítejte přesnou koncentraci odměrného roztoku jódu.
3. Vypočítejte korekční faktor $f(I_2)$, který je definován jako poměr skutečné a teoretické koncentrace odměrného roztoku I₂:

$$f(I_2) = \frac{c_{\text{skut}}}{c_{\text{teor}}} = \frac{c_{\text{skut}}}{0,01 \text{ mol/l}}$$

4. Vypočítejte koncentraci volného SO₂ ve vzorku podle vztahu:
 $c(\text{volný SO}_2) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot V_a \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

5. Vypočítejte koncentraci celkového SO₂ ve vzorku podle vztahu:
 $c(\text{celkový SO}_2) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot V_b \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

6. Vypočítejte koncentraci volného SO₂ odpočtem interferujících látek ve vzorku podle vztahu:
 $c(\text{volný SO}_2 \text{ s odpočtem}) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot (V_a - V_c) \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$
 $c(\text{celkový SO}_2 \text{ s odpočtem}) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot (V_b - V_c) \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Otázky

1. Napište rovnici reakce, která probíhá při standardizaci odměrného roztoku jódu na thiosíran sodný.
2. Napište rovnici reakce, která probíhá při standardizaci odměrného roztoku thiosíranu sodného.
3. Napište rovnici reakce, která probíhá při stanovení SO_2 .
4. Proč je nutné stanovovat SO_2 ve víně?
5. Vysvětlete na jakém principu je založena indikace bodu ekvivalence v jodometrii.
6. Uveďte zdroje chyb při této metodě. Jak byste tyto chyby minimalizovali?

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Závěr

Shrňte stručně cíl experimentu, hlavní výsledky a porovnejte je s očekávanými hodnotami.

Prohlášení o vyloučení odpovědnosti

Financováno Evropskou unií. Vyjádřené názory a postoje jsou názory a prohlášeními autora(ů) a nemusí nutně odrážet názory a stanoviska Evropské unie nebo Slovenské akademické asociace pro mezinárodní spolupráci, Národní agentury programu Erasmus+ pro vzdělávání a odbornou přípravu. Evropská unie ani organizace udělující grant za ně nepřebírají žádnou odpovědnost.