

## Názov: Stanovenie amoniakálneho dusíka destilačne

### Návod na prácu

**Zadanie:** Stanovte obsah amoniakálneho dusíka v % N vo vzorke destilačnou metódou.

### Teória

Prídavkom silnej zásady a zahrievaním sa z amónnej soli vytesní  $\text{NH}_3$ , ktorý sa kvantitatívne predestiluje do predlohy so známym nadbytkom odmerného roztoku kyseliny. Prebehne neutralizácia:



Nadbytočná kyselina, ktorá sa nespotrebovala na neutralizáciu amoniaku, sa stanoví spätnou titráciou odmerným roztokom NaOH na indikátor metylčerveň:



Titruje sa z červenej po cibuľovú farbu.

**Pomôcky:** kahan, trojnožka, sieťka s keramickou vložkou, svorka, držiak, zápalky, laboratórny stojan, odmerné banky (250 ml), Erlenmeyerova banka (500 ml), titračná banka (250 ml), kadičky (100, 250, 500, 1000 ml), pipeta (50 ml), pipetovací balónik, byreta (25 ml), varné hniezdo, lievik, odmerný valec, striekačka, varné kamienky

**Chemikálie:** kyselina chlorovodíková (36 %), hydroxid sodný, metylčerveň

### Postup

1. Na stanovenie pripravte zásobný roztok vzorky navážením 2,5 g vzorky a doplňte do 250 ml v odmernej banky.
2. Do 500 ml Erlenmeyerovej banky odpipetujte 25 ml zásobného roztoku vzorky, zried'te asi 100 ml destilovanej vody a pridajte niekoľko varných kamienkov.
3. Do predlohy – titračnej banky odpipetujte 50 ml odmerného roztoku HCl, zried'te asi 25 ml destilovanej vody a pridajte 3 kvapky metylčervene. Predlohu umiestnite do litrovej kadičky pre prípad, že by bolo nutné predlohu chladiť vodou.
4. Erlenmeyerovu banku prestupníkom spojte s predlohou tak, aby ústie prestupníka siahalo pod hladinu roztoku kyseliny.
5. Do Erlenmeyerovej banky dávkovačom pridajte 20 ml 30 % roztoku NaOH a banku ihneď uzavrite.

6. Hrdlo banky a otvor v zátke utesnite destilovanou vodou („vodný uzáver“).
7. Obsah banky prived'ite k varu a var udržiavajte 15 minút. Po tejto dobe je už všetok amoniak predestilovaný.
8. Destiláciu ukončíte znížením predlohy tak, aby koniec prestupníka nebol ponorený v roztoku. Až potom sa vypnite kahan!
9. Koniec prestupníka opláchnite destilovanou vodou a červeno zafarbený roztok titrujte odmerným roztokom NaOH do vzniku žltého sfarbenia.

### Nakladanie s chemickými látkami

Chemikália	Forma	H-vety	P-vety
HCl	0,2 mol/l roztok	H315, H319, H335, H290	P261, P305 + P351 + P338
NaOH	0,2 mol/l roztok	H315, H319	P280, P302 + P352
NaOH	30 % roztok	H314, H290	P280, P310, P305 + P351 + P338
Metylčerveň	0,1 % roztok, indikátor	---	---

### Zdroje rizik a vyhodnotenie závažnosti rizika

Metylčerveň nie je nebezpečnou látkou v zmysle zákona č. 356/2003 Z. z. Žiak pracuje s roztokom s koncentráciou 0,1 % – indikátor v indikátorovej fľaštičke. Prijateľné riziko.

Hydroxid sodný 30 % roztok – práca v rukaviciach a chemických okuliaroch. Prijateľné riziko.

Použitá koncentrácia kyseliny chlorovodíkovej a hydroxidu sodného je 0,2 mol/dm<sup>3</sup>, čo je veľmi zriedený roztok. Prijateľné riziko.

### Spôsob nakladania s odpadmi

Rozbité sklo sa musí vyhadzovať do určeného kontajnera. Nevracajte zvyšky roztokov do skladovacích fliaš. Zabráňte kontaminácii povrchových a podzemných vôd a pôdy. Formaldehyd, 30 % hydroxid sodný sa nesmie dostať do kanalizácie, hrozí nebezpečenstvo výbuchu. Zvyšné roztoky zlikvidujte podľa pokynov učiteľa a asistenta učiteľa.

### Opatrenia k obmedzeniu rizika

Vyhňte sa priamemu pôsobeniu formaldehydu, používajte ochranné pomôcky. Nevystavujte sa dlhodobej alebo opakovanej expozícii. V prípade nehody alebo ak sa necítite dobre, okamžite informujte učiteľa. Tieto látky alebo ich obaly sa musia likvidovať ako nebezpečný odpad.

**Názov projektu:** Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách  
**Akronym:** ChemIQSoc  
**Číslo projektu:** 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Zabráňte uvoľneniu chemických látok do životného prostredia. Počas práce nejedzte, nepite a nefajčite, po práci alebo pri prerušení práce si umyte ruky teplou vodou a mydlom alebo ich ošetríte regeneračným krémom. Používajte osobné ochranné prostriedky, dodržiavajte osobnú hygienu. Zabráňte kontaktu s látkou, nevdychujte výpary.

## Pracovný list

### Experimentálne údaje

1. Preštudujte si pracovný postup a odvodte vzťah na výpočet hmotnostného % N pre destilačné stanovenie.
2. Príprava zásobného roztoku vzorky (diferenčne 2,5 g do 250 ml banky)

	Hmotnosť [g]
Lodička s návažkom	
Lodička po vysypaní	
Hmotnosť vzorky	

3. Zaznamenajte objem odmerného roztoku hydroxidu sodného použitého pri titrácii.

Titrácia	V(NaOH) [ml]
1	
2	
3	

### Výpočty

1. Vypočítajte látkové množstvo nespotrebovanej pri neutralizácii amoniaku.
2. Vypočítajte obsah amoniakálneho N v % vo vzorke.

**Názov projektu:** Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách  
**Akronym:** ChemIQSoc  
**Číslo projektu:** 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



## Otázky

1. Napíšte rovnice reakcií, ktorá prebieha pri destilačnom stanovení amoniakálneho dusíka.
2. Ako funguje acidobázický indikátor.
3. Uveďte zdroje chýb pri tejto metóde. Ako by ste tieto chyby minimalizovali?
4. Je destilačné stanovenie amoniakálneho dusíka priama alebo nepriama metóda. Vysvetlite prečo?
5. Prečo musí ústie priestupníka medzi Erlenmayerovou bankou a predlohou siahať pod hladinu roztoku kyseliny v predlohe?

## Záver

Zhrňte stručne cieľ experimentu, hlavné výsledky a porovnajte ich s očakávanými hodnotami.

**Názov projektu:** Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách  
**Akronym:** ChemIQSoc  
**Číslo projektu:** 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



### **Vyhlásenie o vylúčení zodpovednosti**

Financované Európskou úniou. Vyjadrené názory a postoje sú názormi a vyhláseniami autora(-ov) a nemusia nevyhnutne odrážať názory a stanoviská Európskej únie alebo Slovenskej akademickej asociácie pre medzinárodnú spoluprácu, Národnej agentúry programu Erasmus+ pre vzdelávanie a odbornú prípravu. Európska únia ani organizácia udeľujúca grant za ne nepreberajú žiadnu zodpovednosť.