

Názov: Stanovenie oxidu siričitého vo víne

Návod na prácu

Zadanie: Stanovte jodometricky obsah voľného a viazaného oxidu siričitého vo víne v mg/l.

Teória

Sírenie vína patrí k najstarším technologickým operáciám pri výrobe vína. Sírenie je aplikácia rôznych dávok SO₂ do muštu a vína, čím sa víno stabilizuje. Keďže príliš vysoký obsah SO₂ je zo zdravotného hľadiska nevhodný, je nevyhnutné kontrolovať jeho obsah vo víne. Vo víne možno stanoviť celkový a voľný oxid siričitý. Voľný oxid siričitý je vo forme kyseliny siričitej. Viazaný oxid siričitý je vo víne viazaný na rozličné látky, ktoré sú schopné ho viazať. Z tejto väzby ho možno uvoľniť alkalickou hydrolyzou. Celkový oxid siričitý je súčtom voľného a viazaného oxidu siričitého.

Stanovenie voľného SO₂ je založené na priamej jodometrickej titrácii, pri ktorej sa voľný SO₂ oxiduje jódom podľa rovnice:



Stanovenie celkového SO₂ je založené na poznatku, že viazaná forma SO₂ podlieha v alkalickom prostredí hydrolyze, pričom sa uvoľňujú siričitanové ióny priamo stanoviteľné titráciou roztokom jódu. Priebeh titrácie je rovnaký ako pri voľnom SO₂, ale titrujeme už obe formy (voľný aj viazaný SO₂).

Pomôcky: váhy, lodičky, odmerné banky (100, 250, 500 ml), kadičky, sklenená tyčinka, jódová titračná banka, odmerný valec, byreta, laboratórny stojan, svorka, držiak, pipety, pipetovací balónik

Chemikálie:

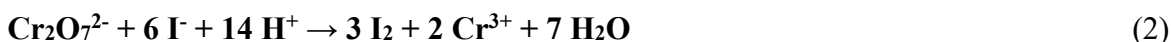
- 25 % roztok H₂SO₄: 26 ml 98 % H₂SO₄ ($\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/dm}^3$) sa pomaly prileje k 74 ml destilovanej vody. Po zmiešaní sa roztok musí ochladiť.
- 0,01 M roztok I₂: 2,6 g resublimovaného jódu (I₂) sa rozpustí v 100 ml 25 % KI a doplní sa do 1000 ml odmernej banky deionizovanou vodou. Roztok sa uschováva v tmavej fľaši.
- 0,5 % škrobový maz: 0,5 g škrobu sa rozmieša v 100 ml studenej vody a varí sa cca. 2 minúty. Roztok sa uchováva v chladničke, alebo sa konzervuje prídavkom 10 mg HgI₂ prípadne sa zarába do nasýteného roztoku NaCl.
- 10 % roztok KI: roztok sa pripraví tesne pred analýzou, nikdy nie do zásoby

- 0,1 M roztok tiosíranu sodného: 24,8 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sa rozpustí v destilovanej vode a doplní sa v 1000 ml odmernej banke po rysku. Roztok sa následne štandardizuje dichrómanom draselným.
- 1/60 M štandardný roztok dichrómanu draselného: presný návažok (0,4904 g; alebo zapísať návažok) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ vysušeného pri 130 °C sa rozpustí v malom množstve destilovanej vody, kvantitatívne sa preniesie do 100 ml odmernej banky a doplní sa po rysku.
- 1 M roztok NaOH: pripraví sa rozpustením 40 g NaOH vo vode a doplní sa do 1000 ml.
- vodný roztok acetaldehydu s koncentráciou 8 g/l.

Postup

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

1. Do jódovej titračnej banky pridajte 15 ml 10 % roztoku KI, 5 ml 25 % H_2SO_4 a 100 ml deionizovanej vody.
2. Za stáleho miešania pridajte pipetou 20 ml štandardného 1/60 M roztoku $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
3. Banku uzavrite a nechajte stáť 15 minút (vylúči sa hnedý jód).
4. Potom pridajte škrobový maz (5 ml) a titrujte 0,1 M roztokom $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do vymiznutia čierneho-modrého zafarbenia.



Štandardizácia 0,01 M roztoku I_2

1. Do titračnej banky napipetujte 25 ml 0,01 M odmerného roztoku I_2 a cca 10 ml 25 % H_2SO_4 .
2. Zmes zried'te destilovanou vodou na cca 100 ml a titrujte štandardizovaným roztokom $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ na indikátor škrob (5 ml) do vymiznutia modro-čierneho zafarbenia.



Úprava vzorky

1. Pri stanovení SO_2 v červených vínach sa kvôli jednoduchšiemu rozlíšeniu bodu ekvivalencie vzorka vína primerane riedi (najčastejšie 1:1 – pipetuje sa 25 ml vína a 25 ml destilovanej vody). Vo výpočte sa zohľadní riedenie.
2. **Poznámka:** Vína je nutné do reakcie pipetovať tak, aby sa čo najmenej vírili (špička pipety na dno titračnej banky a nechať pomaly vytečť). Prílišným miešaním sa SO_2 zo vzorky stráca.

Stanovenie voľného SO_2

1. Do titračnej banky odpipetujte 50 ml vína tak, aby sa koniec pipety dotýkal dna banky.
2. Pridajte 10 ml 25 % roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.

3. Titrujte roztokom I_2 (0,01 mol/l) do modro-čierneho zafarbenia, ktoré sa udrží 15 s. Objem spotrebovaného odmerného roztoku v ml označte V_a .
4. Stanovenie opakujte ešte 2x.

Stanovenie celkového SO_2

1. Do titračnej banky odpipetujte 50 ml vína a 25 ml roztoku NaOH (1 mol/l). Banku prikryte a nechajte stáť 15 minút.
2. Pridajte 15 ml 25 % roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.
3. Titrujte roztokom I_2 (0,01 mol/l) do modro-čierneho zafarbenia, ktoré sa udrží 15 s. Objem spotrebovaného odmerného roztoku v ml označte V_b .
4. Stanovenie opakujte ešte 2 x.

Stanovenie SO_2 s odpočtom

1. Do titračnej banky odpipetujte 50 ml vína tak, aby sa koniec pipety dotýkal dna banky.
2. Ku vzorke pridajte 5 ml roztoku acetaldehydu a nechajte stáť 15 minút.
3. Potom pridajte 10 ml 25 % roztoku H_2SO_4 a 5 ml škrobového mazu.
4. Titrujte roztokom I_2 (0,01 mol/l) do modrého zafarbenia, ktoré sa udrží 15 s. Objem spotrebovaného odmerného roztoku v ml označte V_c .
5. Stanovenie opakujte ešte 2 x.
6. Zo získaných údajov vypočítajte obsah celkovej a voľnej kyseliny siričitej v mg/l bieleho vína.

Nakladanie s chemickými látkami

| Chemikália | Forma | H-vety | P-vety |
|--------------------------|-------------------|--|--|
| 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 | Tuhá | H290, H314 | P234, P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338 |
| KI | Tuhá | H372 | P260, P264, P270, P314, P501 |
| $K_2Cr_2O_7$ | 1/60 M roztok | H272, H302, H314, H317, H331, H334, H335, H340, H350, H360fd, H373, H410 | P210, P273, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338 |

| Chemikália | Forma | H-vety | P-vety |
|--------------------------------|-------------------|------------------------------|--|
| Acetaldehyd | Kvapalina | H224, H319, H335, H341, H350 | P202, P210, P233, P305 + P351 + P338, 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 rizík a vyhodnotenie závažnosti rizika

Tiosíran sodný nepatrí medzi nebezpečné chemikálie. Jód je zdraviu škodlivý pri vdychovaní a pri kontakte s pokožkou. Je vysoko toxický pre vodné organizmy. Žiaci pracujú len so zriedenými roztokmi jódu. Žiaci pracujú so zriedenými roztokmi kyselín. Dichróman draselný je toxický a môže spôsobovať genetické poškodenie a rakovinu. Žiaci s tuhou látkou neprichádzajú do kontaktu, zriedený roztok indikátora pripraví vopred laborant. Prijateľné riziko pri používaní osobných ochranných prostriedkov (plášť, rukavice, okuliare).

Spôsob nakladania s odpadmi

Zvyšky chemikálií vylejte do pripravených nádob. Rozbité sklo vložte do určenej nádoby. Zvyšný štandardný roztok nevracajte späť do zásobných fliaš.

Opatrenia k obmedzeniu rizika

Zabráňte uvoľňovaniu jódu do životného prostredia. Pri kontakte s jódom sa nevystavujte dlhodobej alebo opakovanej expozícii. Umyte si pokožku veľkým množstvom vody a mydla.

Pracovný list

Experimentálne údaje

1. Zaznamenajte objem odmerného roztoku tiosíranu sodného na $K_2Cr_2O_7$.

| Titrácia | V($Na_2S_2O_3$) [ml] |
|----------|---------------------------|
| 1 | |
| 2 | |
| 3 | |

2. Zaznamenajte objem odmerného roztoku tiosíranu sodného použitého pri štandardizácii roztoku jódu.

| Titrácia | V($Na_2S_2O_3$) [ml] |
|----------|---------------------------|
| 1 | |
| 2 | |
| 3 | |

3. Zaznamenajte objem odmerného roztoku jódu použitého pri stanovení voľného SO_2

| Titrácia | V(I_2) [ml] |
|----------|-----------------|
| V_{a1} | |
| V_{a2} | |
| V_{a3} | |

4. Zaznamenajte objem odmerného roztoku jódu použitého pri stanovení celkového SO_2

| Titrácia | V(I_2) [ml] |
|----------|-----------------|
| V_{b1} | |
| V_{b2} | |
| V_{b3} | |

5. Zaznamenajte objem odmerného roztoku jódu použitého pri stanovení SO₂ odpočtom

| Titrácia | V(I ₂) [ml] |
|-----------------|-------------------------|
| V _{c1} | |
| V _{c2} | |
| V _{c3} | |

Výpočty

1. Vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku tiosíranu sodného.
2. Vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku jódu.
3. Vypočítajte korekčný faktor $f(I_2)$, ktorý je definovaný ako pomer skutočnej a teoretickej koncentrácie odmerného roztoku I₂:

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

4. Vypočítajte koncentráciu voľného SO₂ vo vzorke podľa vzťahu:
 $c(\text{voľný SO}_2) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot V_a \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

5. Vypočítajte koncentráciu celkového SO₂ vo vzorke podľa vzťahu:
 $c(\text{celkový SO}_2) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot V_b \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

6. Vypočítajte koncentráciu SO₂ s odpočtom interferujúcich látok podľa vzťahov:
 $c(\text{voľný SO}_2 \text{ s odpočtom}) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot (V_a - V_c) \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$
 $c(\text{celkový SO}_2 \text{ s odpočtom}) \text{ (mg/l)} = 12,8 \cdot (V_b - V_c) \text{ (ml)} \cdot f(I_2)$

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 rovnicu reakcie, ktorá prebieha pri štandardizácii odmerného roztoku jódu na tiosíran sodný.
2. Napíšte rovnicu reakcie, ktorá prebieha pri štandardizácii odmerného roztoku tiosíranu sodného.
3. Napíšte rovnicu reakcie, ktorá prebieha pri stanovení SO_2 .
4. Prečo je potrebné stanovovať SO_2 vo víne?
5. Vysvetlite na akom princípe je založená indikácia bodu ekvivalencie v jodometrii.
6. Uveďte zdroje chýb pri tejto metóde. Ako by ste tieto chyby minimalizovali?

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



Záver

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

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.