

Soluzioni elettrolitiche: titolazioni conduttimetriche

Francesco Pasa, Andrea Miani, Davide Bazzanella - Gruppo 8 Mercoledì
francescopasa@gmail.com - 26 marzo 2014

Scopo

L'obiettivo di questa esperienza di laboratorio è quello di determinare la concentrazione di una soluzione mediante misure di conduttimetria. Per fare ciò si sfrutta una reazione di precipitazione, mediante la quale è possibile sostituire gli elettroliti della soluzione a concentrazione incognita con altri ioni (nel nostro caso abbiamo sostituito Ag^+ con Na^+), che hanno una conducibilità diversa. In questo modo, misurando la conducibilità, si può estrapolare la quantità di elettroliti originari e quindi la concentrazione.

Materiale

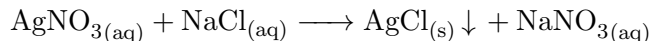
- Due becker, una buretta con relativo supporto, bacchetta di vetro, “spatola”;
- Agitatore magnetico con ancoretta;
- Conduttimetro;
- Soluzioni di KCl di concentrazione 0.1 M e 0.01 M per la taratura del conduttimetro, soluzione di AgNO_3 di concentrazione da determinare, NaCl e acqua;
- Agitatore magnetico con ancoretta;
- Francesco Pasa, Andrea Miani, Davide Bazzanella, possibilmente con un minimo di comprensione del da farsi.

Procedura e incertezze

Come prima cosa, abbiamo tarato il conduttimetro seguendo la procedura descritta nel manuale e utilizzando le soluzioni 0.1 M e 0.01 M di KCl a nostra disposizione. Abbiamo quindi pulito la cella conduttimetrica per evitare contaminazioni.

In seguito, abbiamo preparato 50 mL di soluzione titolante 1.5 M di NaCl. Abbiamo considerato un incertezza standard¹ sul volume di 0.3 mL (si è ritenuto che il matraccio usato avesse un'incertezza di risoluzione di 0.5 mL) e sul peso di 0.003 g (era possibile leggere i centesimi di grammo mentre i millesimi fluttuavano, in questo caso abbiamo posto l'errore di risoluzione a 0.005 g). Usando queste incertezze tipo, si ottiene che la soluzione titolante aveva una concentrazione 1.50 ± 0.03 M.

Abbiamo lavato la buretta con la soluzione per evitare diluizioni non volute. La buretta è stata riempita con la soluzione rimanente ed è stata posta sopra il becker contenente 100 mL di soluzione titolanda a concentrazione incognita. Misurando ogni volta la concentrazione con il conduttimetro, la titolante è stata versata nella soluzione di AgNO_3 a passi di 0.5 mL. In questo modo avviene la seguente reazione di precipitazione:



La parte interessante della reazione è che l'argento cloruro (AgCl) precipita. Di conseguenza gli ioni Ag^+ vengono rimossi dalla soluzione e non contribuiscono più alla sua conducibilità elettrica. Poiché gli ioni Na^+ conducono meno dei Ag^+ la conducibilità diminuisce man mano che viene aggiunto NaCl, finché l'argento non è completamente precipitato. A questo punto, continuando ad aggiungere NaCl, si aggiungendo nuovi ioni Na^+ che fanno salire la conducibilità, per cui il trend si inverte.

Conoscendo il volume della soluzione titolante necessaria per arrivare al punto di inversione, e quindi il numero di moli di NaCl, si può risalire alla quantità di AgNO_3 in soluzione e calcolare la concentrazione.

L'incertezza standard sul volume della soluzione titolanda (nel becker) è stata posta a 0.3 mL, mentre con la buretta l'incertezza standard è di 0.03 mL. Per ottenere l'errore sul volume versato, che è la differenza tra due volumi, occorre comporre le incertezze. L'incertezza sul volume versato è quindi di 0.04 mL.

L'incertezza sui valori di conduttanza è sempre l'errore tipo, che per il nostro conduttimetro vale 0.003 μS .

¹L'incertezza standard è uguale all'incertezza di risoluzione divisa per $\sqrt{3}$.

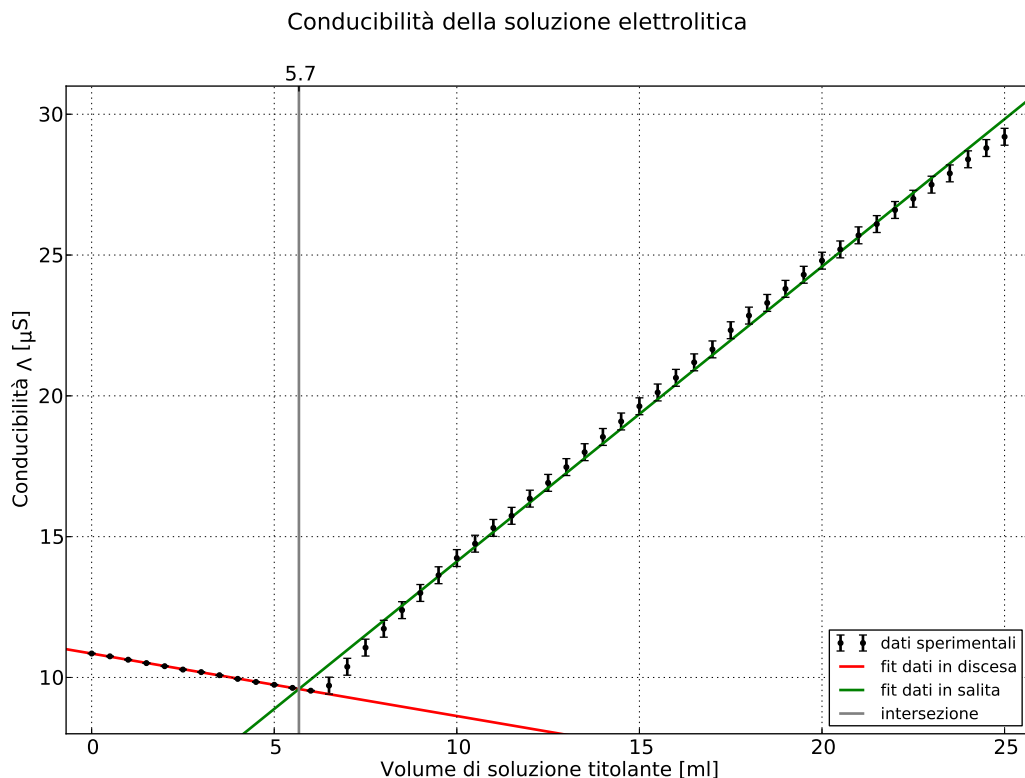


Figura 1: Il grafico illustra i dati misurati, con relative incertezze, le regressioni lineari e il punto di intersezione tra le rette.

Dati e risultati

Graficando i dati misurati, si ottiene un grafico come quello in Figura 1, da cui si può già stimare che il punto di inversione è attorno a 6 ml.

Poiché le incertezze sulla conduttanza sono trascurabili rispetto a quelle sul volume, abbiamo eseguito un fit preliminare solo con le incertezze sulla conduttanza e poi abbiamo trasferito le incertezze dal volume alla conduttanza grazie alla regressione preliminare. Infine abbiamo eseguito la regressione con i valori trasferiti delle incertezze.

Abbiamo eseguito il test del chi quadro per verificare che le incertezze fossero corrette. Per la prima retta abbiamo usato 13 dati, quindi il numero di gradi di libertà è $13 - 2 = 11$, poiché la retta ha 2 parametri. Per la retta che riguarda la salita abbiamo 38 dati e quindi 36 gradi di libertà. I valori attesi² dei χ^2 erano dunque 11 ± 3 e 36 ± 6 rispettivamente per la retta in discesa ed in salita.

I valori da noi calcolati sono stati 18 e 3657. In nessuno dei due casi il chi quadro è compatibile con il suo valore atteso. Abbiamo quindi aggiustato le incertezze (le incertezze corrette sono riportate sul grafico) per far tornare il valore del chi quadro.

Le incertezze sulla conducibilità corrette sono risultate essere $0.01 \mu\text{S}$ per la retta in discesa e di $0.3 \mu\text{S}$ per quella in salita.

È stato quindi rieseguito il fit con le incertezze corrette, per ottenere le incertezze corrette sui parametri delle rette. I valori definitivi di pendenza ed intercetta sono risultati essere:

$$\text{Discesa: } \begin{cases} m_1 = -0.222 \pm 0.001 \mu\text{S ml}^{-1} \\ q_1 = 10.849 \pm 0.005 \mu\text{S} \end{cases} \quad \text{Salita: } \begin{cases} m_2 = 1.05 \pm 0.01 \mu\text{S ml}^{-1} \\ q_2 = 3.65 \pm 0.15 \mu\text{S} \end{cases}$$

L'intersezione tra le due rette indica il volume di soluzione titolante versato per raggiungere il punto di inversione, e vale:

$$p = 5.7 \pm 0.1 \text{ ml}$$

Conclusione

²L'incertezza sul valore atteso è la radice del valore atteso.