

Relazione esperienza 3:

Misure di pH e titolazione acido-base con metodo potenziometrico

Gruppo A06: Appoloni Alberto, Rossignoli Emanuele, Furlan Riccardo*

Università di Trento - Dipartimento di Fisica

(Dated: June 2021)

1. INTRODUZIONE

Scopo dell'esperienza è calcolare la concentrazione di una soluzione incognita di acido acetico CH_3COOH attraverso la misura del pH in una titolazione con base forte (idrossido di sodio NaOH). Una volta individuato il punto equivalente in cui la soluzione base-acido è bilanciata si può ricavare, tramite la stechiometria della soluzione e conoscendo la quantità di titolante aggiunto, il numero di moli della soluzione iniziale.

2. MATERIALI E METODI

Per misurare il pH della soluzione è stato utilizzato un pH-metro con elettrodo e sonda di temperatura, adeguatamente calibrato con tre soluzioni tampone a differenti valori di pH: 4.01, 7.00 e 9.21. Inoltre sono state aggiunte 3 gocce di una soluzione 1% fenolftaleina in etanolo come indicatore di viraggio.

Un matraccio da 100 *ml* è stato usato per misurare la quantità di acido acetico da utilizzare nella titolazione, mentre con una beuta da 50 *ml* abbiamo prelevato la soluzione di idrossido di sodio. Per mezzo di due imbuti abbiamo trasferito le soluzioni rispettivamente in un becher e in una buretta.

Per mescolare la soluzione da titolare ci siamo serviti di un agitatore magnetico con ancoretta e al fine di essere più precisi abbiamo utilizzato le 2 pipette pasteur per completare le misure di volume delle soluzioni. I vari strumenti utilizzati sono sempre stati lavati con H_2O distillata e per il recupero delle soluzioni di lavaggi abbiamo utilizzato un becher.

3. PROCEDIMENTO

Per prima cosa abbiamo calibrato il pH-metro mediante l'impiego delle tre soluzioni tampone facendo attenzione a lavare ogni volta con acqua distillata l'elettrodo. Ad ogni calibrazione ci siamo assicurati che il pH-metro avesse registrato il valore corretto.

Successivamente abbiamo trasferito quantitativamente la soluzione di acido acetico dal matraccio al becher per la titolazione. All'interno di quest'ultimo abbiamo inserito l'elettrodo e la sonda di temperatura del pH-metro e aggiunto tre gocce di indicatore. Abbiamo quindi acceso l'agitatore magnetico e quando la lettura di pH si è stabilizzata abbiamo registrato il valore di pH della soluzione da titolare. Con la beuta abbiamo prelevato circa 40 *ml* di soluzione di NaOH 0.1M che poi è stata

*Electronic address: alberto.appoloni@studenti.unitn.it - emanuele.rossignoli@studenti.unitn.it - riccardo.furlan@studenti.unitn.it

trasferita nella buretta attraverso l'utilizzo di un imbuto e accertandoci non fossero rimaste bolle d'aria.

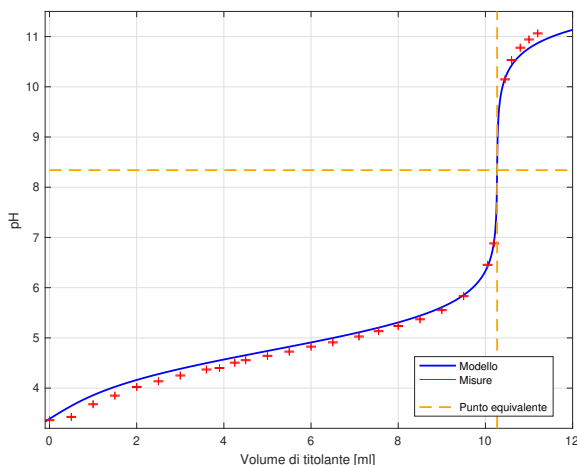
A questo punto abbiamo iniziato con la titolazione, prima procedendo con aggiunte da 0.5 ml e prendendo le rispettive misure, poi una volta avvicinatoci al punto equivalente (caratterizzato dal cambiamento di colore della soluzione) abbiamo diminuito a 0.2 ml e poi a 0.1 ml . Una volta superato il volume equivalente, abbiamo continuato ad aggiungere 0.1 ml di NaOH fino a raggiungere un valori di $\text{pH}=11$, oltre il quale ci potrebbero essere stati dei danni agli strumenti.

Dopo aver lavato gli strumenti e preparato nuove soluzioni di acido da titolare e di titolante, abbiamo preso un secondo set di misure. Completata la titolazione abbiamo avuto cura di lavare tutto il materiale con acqua distillata.

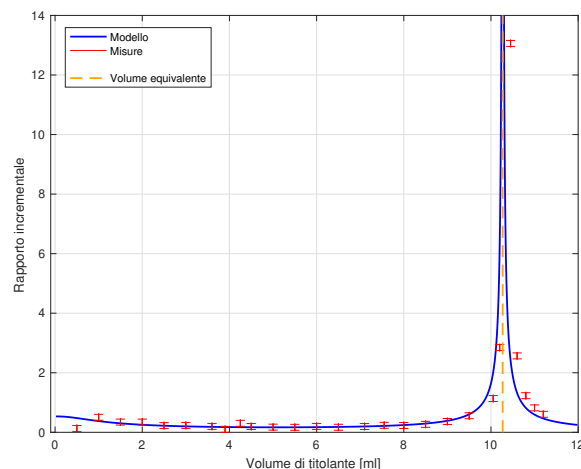
4. RISULTATI E DISCUSSIONE

L'acido acetico in soluzione acquosa è monoprotico, quindi ci aspettavamo un solo punto equivalente nel range di pH da noi misurato. Infatti, dopo aver costruito una curva di titolazione (1a) coi dati misurati, è stato possibile osservare la presenza di un punto di flesso unico per un volume di titolante pari a circa 10 ml .

Per meglio individuare il punto equivalente, abbiamo creato un grafico della derivata prima del pH (1b) e, stimando il punto di massimo di questa curva, abbiamo ottenuto il risultato di $V_{eq} = (10.27 \pm 0.12)\text{ ml}$, dove come errore si è preso metà intervallo delle misure vicino al volume equivalente ($\frac{10.44-10.2}{2}\text{ ml}$).

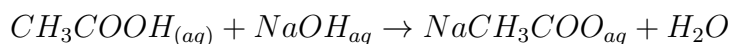


(a) Grafico curva di titolazione



(b) Grafico derivata del pH

Abbiamo utilizzato la stechiometria della reazione:



per calcolare la molarità dei due campioni di acido acetico da titolare, ottenendo:

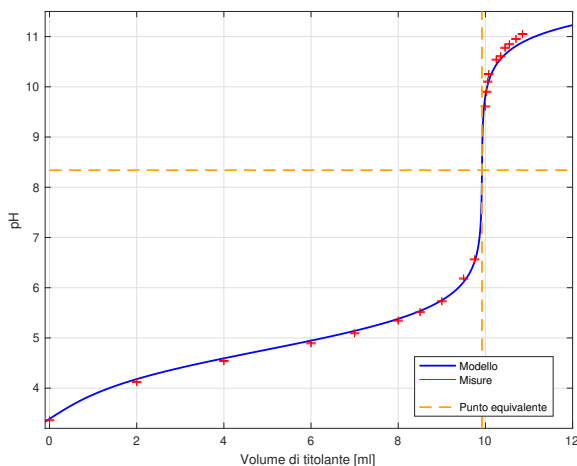
$$\begin{aligned} [\text{CH}_3\text{COOH}] &= \frac{\text{moli}_{\text{acido}}}{V_{\text{acido}}} = \frac{\text{moli}_{\text{base}}}{V_{\text{acido}}} = \frac{V_{eq} \cdot [\text{NaOH}]}{V_{\text{acido}}} = \frac{(10.27\text{ ml})(0.1\text{ M})}{100\text{ ml}} = (10.3 \pm 0.5)\text{ mM} \\ &= \frac{(9.93\text{ ml})(0.1\text{ M})}{100\text{ ml}} = (9.9 \pm 0.5)\text{ mM} \end{aligned}$$

Per ricavare il valore della costante di dissociazione acida K_a , e quindi quella di pK_a , abbiamo sfruttato il fatto che al punto di semiequivalenza ($V_{eq}/2$), essa è uguale alla concentrazione di ioni H^+ , perciò $K_a = 10^{-pH}$. Il valore del pH al punto di semiequivalenza è stato calcolato utilizzando la curva di fit del primo set di misure. I risultati ottenuti sono riportati nella tabella seguente (I), assieme alle relative incertezze calcolate tramite propagazione degli errori.

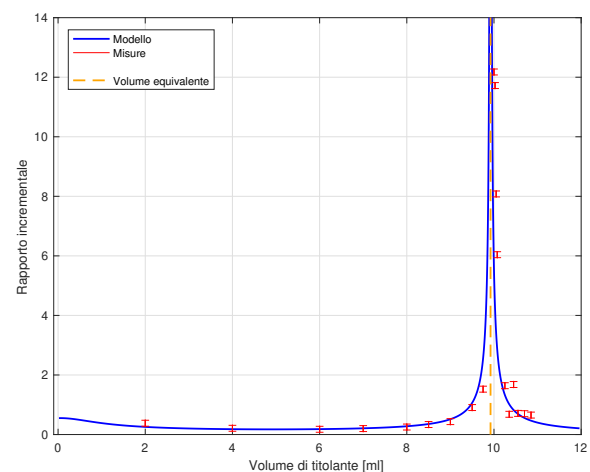
	Primo set	Secondo set
Volume equivalente	$10.27 \pm 0.12 \text{ ml}$	$9.93 \pm 0.1 \text{ ml}$
$pH @ V_{eq}$	8.36 ± 0.1	8.36 ± 0.1
Concentrazione acido acetico	$10.3 \pm 0.4 \text{ mM}$	$9.9 \pm 0.5 \text{ mM}$
pK_a acido acetico	4.76 ± 0.06	
K_a acido acetico	$(1.73 \pm 0.2) \times 10^{-5}$	

Tabella I: Risultati con relative incertezze

Avendo ottenuto dal primo set di dati una stima del volume equivalente, abbiamo deciso di effettuare una seconda serie di misure cercando di campionare più densamente attorno ad esso. Pur non avendo registrato dati nel punto più ripido della curva 2a, con l'aiuto del grafico della derivata prima 2b, abbiamo ottenuto una misura più precisa.



(a) Grafico curva di titolazione per il secondo set di misure



(b) Grafico derivata del pH per il secondo set di misure

5. CONCLUSIONE

I valori ottenuti dall'elaborazione dei due set di dati sono compatibili tra loro entro un'incertezza e sono in linea con i valori teorici. Durante la raccolta dati abbiamo però riscontrato alcuni problemi che ne hanno diminuito la precisione.

Ad esempio intorno al punto equivalente, per quanto ricercata, è stata difficile da ottenere una sufficiente densità di dati, dal momento che la soluzione titolante di NaOH era molto più concentrata della soluzione acida da titolare (circa 10 volte di più) quindi, una volta raggiunto il punto equivalente, anche una minima aggiunta di titolante (ad esempio una goccia) portava a una grande variazione del pH rendendo difficile la raccolta di valori vicini tra loro, riducendo la precisione dei risultati.

Un ulteriore fattore da tenere in conto è il cambiamento delle costanti di dissociazione acida e dell'acqua al variare della temperatura. Per costruire il modello utilizzato nei grafici **1a** e **1b** abbiamo considerato una temperatura in laboratorio di 25°C e un $K_w = 1 \times 10^{-14}$ e $K_a = 1.74 \times 10^{-5}$. Abbiamo notato che una variazione di questi parametri dovuta ad alcuni gradi di differenza non incide significativamente sui risultati e rientra comunque nell'intervallo di incertezza.