

Nichel

Metodo alla Dimetilglossima in tampone tartrato 0.1 M a pH 9

Funzione: Differential Pulse Voltammetry (DPV/a)

| | |
|-------------------------------------|-----------|
| Potenziale di Partenza.....(mV) | -700 |
| Potenziale di Arrivo.....(mV) | -1300 |
| Scala di Corrente.....(nA/μA/mA) | ±2.048 μA |
| Velocità di Scansione.....(mV/s) | 50.0 |
| Numero di Cicli..... | 3 |
| Tempo di Attesa Iniziale.....(s) | 5 |
| Tempo di Gorgogliam. a Agit...(s) | 300 |
| Velocità di Agitazione.....(r.p.m.) | 300 |
| Grandezza della Goccia.....(a.u.) | 60 |

Soluzione standard concentrata di Ni (1 g/l)

Sciogliere 1 g di nichel puro in un volume minimo di HNO₃ 1+1 in acqua distillata.

Portare a volume in matraccio tarato da 1 l con HNO₃ all'1% in acqua distillata.

Elettrolita di supporto

1 – Tampone tartrato 1 M a pH 9

Sciogliere 15 g di acido tartarico in 50 ml di acqua distillata. Aggiungere NH₃ al 25% per portare il pH a 9. Portare a volume in matraccio da 100 ml. Conservare in bottiglie di politene

2 - Soluzione di dimetilglossima all'1 % (p/v)

Sciogliere 100 mg di dimetilglossima in 10 ml di etanolo. Preparare la soluzione al momento dell'analisi.

3- Soluzione di NaNO₂ 5 M

Sciogliere 34.5 g di NaNO₂ in 100 ml di acqua distillata.

Procedimento

Aggiungere a 10 ml di soluzione campione, 1 ml di soluzione tampone, 100 μl di soluzione di dimetilglossima e 500 μl di soluzione di NaNO₂ 5 M.

Soluzione standard di lavoro (1 mg/l)

Preparare al momento dell'uso, una soluzione standard diluita di Ni diluendo 1+999 la soluzione concentrata in acqua distillata.

Osservazioni

Soluzioni tampone alternative: PIPES o HEPES a pH 9.

Per concentrazioni inferiori a 1 μg/l conviene effettuare una voltammetria di Stripping con gli stessi parametri, adottando un tempo di deposizione da 30 a 120 s, allo stesso potenziale iniziale (-700 mV).

Con questo metodo si può determinare anche il Cobalto. Se però esso è presente in tracce in una matrice di Zinco o Nichel, bisogna adottare un metodo più sensibile (vedi Cobalto).

Report analitico

Analisi: Nichel in acqua di falda
 Concentrazione Campione = 4.65 µg/l
 Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

| | |
|-----------------|-------------|
| Volume solvente | 0 (ml) |
| Sol. Supporto | 1.05 (ml) |
| Volume camp. | 10 (ml) |
| Conc. Standard | 1000 (µg/l) |

Tabella altezze

| # | Pot. Picco | Altezze |
|---|------------|----------|
| 0 | -920.8 | 359.3 nA |
| 1 | -918.6 | 1.151 µA |
| 2 | -920.8 | 1.906 µA |
| 3 | -921 | 2.730 µA |
| 4 | -920.8 | 3.436 µA |
| 5 | -918.6 | 4.123 µA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione |
|---|------------|----------------------|
| 0 | 0 µg/l | 395.3 nA |
| 1 | 10.0 " | 1.278 µA |
| 2 | 20.0 " | 2.136 µA |
| 3 | 30.0 " | 3.085 µA |
| 4 | 40.0 " | 3.918 µA |
| 5 | 50.0 " | 4.742 µA |

$$y = ax + b$$

$$a = 87.43 \text{ nA} \cdot \mu\text{g}^{-1}$$

$$b = 406.5 \text{ nA}$$

$$r^2 = .9996$$

