

Stagno

Metodo al tropolone in soluzione di H₂C₂O₄ 0.1 M e di HCl 0.2 M
Funzione: Differential Pulse Voltammetry (DPV/a)

Start Potential.....(mV)	-300
End Potential.....(mV)	-600
Current Range.....(nA/μA/mA)	±2.048 μA
Scan Speed.....(mV/s)	20.0
Number of Cycles.....	3
Delay Before Sweep.....(s)	5
Purge and Stir Time.....(s)	20
Stirring Speed.....(r.p.m.)	300
Drop Size.....(a.u.)	60

Soluzione standard concentrata di Sn (II) (1 g/l)

Sciogliere 1.5974 g di SnCl₂ anidro in un litro di HCl 1+1. (MM_{SnCl₂} = 189.6; MM_{Sn} = 118.69)

Elettrolita di supporto

1 - Soluzione di H₂C₂O₄ 1 M e di HCl 2 M

Sciogliere 90 g di H₂C₂O₄ (oppure 126 g di H₂C₂O₄ · H₂O) e 167 ml di HCl al 37% in un litro di acqua. Conservare in bottiglie di politene

2 - Soluzione di tropolone (2 idrossi – 2,4,6ciclo epta trien – 1 – one; cat. Fluka 9355) allo 0.1 % (p/v)

Sciogliere 10 mg di tropolone in 10 ml di acqua distillata. Preparare la soluzione al momento dell'analisi. Conservare il tropolone solido in frigorifero.

Procedimento

Aggiungere a 10 ml di soluzione campione, 1 ml di soluzione di H₂C₂O₄ 1 M e di HCl 2 M e 1 ml di soluzione di tropolone.

Soluzione standard di lavoro (10 mg/l)

Preparare al momento dell'uso, una soluzione standard diluita di Sn diluendo 1+99 la soluzione concentrata in HCl 1+1.

Interferenze

La procedura è molto selettiva. Il Pb, se presente in alte concentrazioni, dà un picco che non interferisce con quello dello stagno.

Osservazioni

- Trattare il campione in modo tale da avere presente in soluzione solo Sn²⁺.
- Lo Stagno può essere determinato in soluzioni prive completamente di Pb anche mediante DPSV in soluzione di H₂C₂O₄ 0.1 M e di HCl 0.2 M utilizzando lo stesso metodo previsto per Pb e Cd. Il picco dello stagno si sovrappone al picco del Pb (ecco perché quest'ultimo deve essere assente). Dato che il Pb è un metallo praticamente presente in tutte le soluzioni, è bene analizzare lo Stagno in DPV, con questa procedura.

Determinazione dello stagno nel liquido di governo dei piselli conservati in contenitori in banda stagnata

Procedimento

Versare 20 ml di campione in una capsula di porcellana.

Portare a secco in stufa a 110°C.

Mettere in muffola a 600°C fino a ceneri grigie. Raffreddare

Bagnare le ceneri con HNO₃ al 65%.

Portare a secco con un bunsen (o in stufa)

Rimettere in muffola fino a ceneri bianche. Raffreddare

Riprendere le ceneri con 20 ml di soluzione di H₂C₂O₄ 0.1 M e di HCl 0.2 M.

In alternativa effettuare una digestione con HNO₃ conc. e riprendere il residuo con la soluzione di H₂C₂O₄ 0.1 M e di HCl 0.2 M.

Report analitico

Analysis: Sn nel liquido dei piselli in scatola

Sample Concentration = 77.0 µg/l

Method: 3 additions

Blank: Off

Volumes Table

Solvent Volume	0 (ml)
Supporting Sol.	0 (ml)
Sample Volume	10 (ml)
Standard Conc.	10000 (µg/l)

Height Table

#	Peak Pot.	Height
0	-463.5	812.4 nA
1	-462.6	1.324 µA
2	-463.5	1.865 µA
3	-462	2.350 µA

Regression Data

#	Add.Conc.	Height x dilution
0	0 µg/l	812.4 nA
1	50.0 "	1.331 µA
2	100 "	1.884 µA
3	150 "	2.386 µA

$y = ax + b$
 $a = 10.55 \text{ nA}^*/\mu\text{g}$
 $b = 812.4 \text{ nA}$
 $r^2 = .9996$

