

Piombo

Tecnica: Differential Pulse Stripping Voltammetry (DPS/a)

Potenziale di Partenza.....(mV)	-800
Potenziale di Arrivo.....(mV)	-200
Scala di Corrente.....(nA/μA/mA)	±1.024 μA
Velocità di Scansione.....(mV/s)	30.0
Tempo di Deposizione.....(s)	120
Potenziale di Deposizione....(mV)	-800
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 Pb (1 g/l)

Sciogliere 1.5986 g di $Pb(NO_3)_2$ puro ed essiccato in stufa, in un litro di HCl all'1%.
($MM_{Pb(NO_3)_2} = 331.21$; $MM_{Pb} = 207.2$).

Elettrolita di supporto

A- HCl al 37% .

B- $H_2C_2O_4$ 1 M e HCl 2 M. Sciogliere 90 g di $H_2C_2O_4$ (oppure 126 g di $H_2C_2O_4 \cdot H_2O$) e 167 ml di HCl al 37% in un litro di acqua. Conservare in bottiglie di politene.

Procedimento

Aggiungere a 10 ml di campione neutro 20 μl di HCl al 65%.

In alternativa, aggiungere 1 ml di soluzione B (soprattutto se si deve determinare anche il rame nella stessa soluzione).

Analizzare le acque marine (o i campioni con contenuto elevato di sali), o i campioni che abbiano un pH compreso tra 1 e 3, senza aggiungere l'elettrolita di supporto.

I campioni con pH >7 vanno neutralizzati prima di effettuare l'aggiunta dell'elettrolita di supporto.

Soluzione standard di lavoro (1 mg/l)

Preparare, al momento dell'uso, un'unica soluzione standard diluendo 0.1 ml di soluzione concentrata di Pb (e 0.02 ml di soluzione concentrata di Cd, nel caso in cui si voglia effettuare una determinazione contemporanea) in 100 ml di acqua distillata, in matraccio tarato.

Osservazioni

Le concentrazioni dei due metalli nella soluzione standard diluita rispecchia la necessità di effettuare aggiunte che al massimo raddoppino i picchi nel caso in cui il campione sia un'acqua di falda o superficiale non particolarmente inquinata.

Non usare mai acido nitrico, per evitare innalzamenti del picco analitico o la presenza di picchi fantasma.

Per condizionare i campioni, al momento del prelievo, utilizzare HCl, nelle stesse concentrazioni previste per l' HNO_3 .

Se fosse necessario un trattamento con HNO_3 , portare a secco la soluzione prima e riprendere poi con l'elettrolita di supporto.

Elettroliti di supporto alternativi

HCl o KCl o NaCl in soluzioni da 0.1 a 1 M

Tampone acetato a pH 4.5 o tampone citrato a pH 3

Tampone tartrato a pH 9 (per determinare anche lo zinco nella stessa soluzione)

Report analitico

Analisi: acqua potabile

Concentrazione campione = 4.40 $\mu\text{g/l}$

Metodo: 3 aggiunte

Tabella Volumi

Volume Solvente	0 (ml)
El. Supporto	0.01 (ml)
Volume Campione	10 (ml)
Conc. Standard	1000 ($\mu\text{g/l}$)

Tabella Picchi

#	Pot. Picco	Altezza
0	-318.4	295.0 nA
1	-322.8	882.4 nA
2	-322.9	1.529 μA
3	-323.8	2.130 μA

Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione	
0	0 $\mu\text{g/l}$	295.3 nA	$y = ax + b$
1	10.0 "	892.1 nA	$a = 63.75 \text{ nA}^*/\mu\text{g}$
2	20.0 "	1.562 μA	$b = 280.4 \text{ nA}$
3	30.0 "	2.197 μA	$r^2 = .9995$

