

Palladio

Metodo alla Dimetilgliosima in tampone acetato 0.1 M a pH 5.15

Tecnica: Differential Pulse Stripping Voltammetry (DPS/a)

Potenziale di Partenza.....(mV)	-200
Potenziale di Arrivo.....(mV)	-1000
Scala di Corrente.....(nA/µA/mA)	±1.024 µA
Velocità di Scansione.....(mV/s)	50.0
Tempo di Deposizione.....(s)	120
Potenziale di Deposizione....(mV)	-200
Numero di Cicli.....	2
Tempo di Attesa Iniziale.....(s)	5
Tempo di Gorgogliam. a Agit...(s)	100
Velocità di Agitazione.....(r.p.m.)	300
Grandezza della Goccia....(a.u.)	60

Soluzione standard concentrata di Pd (1 g/l)

Sciogliere 0.1 g di Pd puro in 5 ml di acqua regia (HCl al 37% + HNO₃ al 65%, 3+1, v/v). Portare a secchezza. Aggiungere 5 ml di HCl al 37% e 25 ml di acqua distillata. Scaldare fino a completa dissoluzione. Portare a volume in matraccio tarato da 100 ml con acqua distillata.

Elettrolita di supporto

1- Tampone acetato 1 M a pH 5.15

Sciogliere 13.6 g di CH₃COONa · 3H₂O (oppure 8.2 g di CH₃COONa anidro) in 50 ml di acqua distillata, aggiungere NaOH al 20% fino ad ottenere un pH di 5.15. Portare a volume in matraccio tarato da 100 ml con acqua distillata.

2- Soluzione di Dimetilgliosima allo 0.1 % in etanolo (p/v)

Sciogliere 0.1 g di dimetilgliosima in 100 ml di etanolo. Preparare la soluzione al momento dell'analisi.

Procedimento

Aggiungere a 10 ml di campione 1 ml di tampone e 0.1 ml di soluzione di dimetilgliosima. Controllare che il pH sia 5.15.

Soluzione standard intermedia (1 mg/l)

Diluire la soluzione standard concentrata di Pd 1 + 999 in acqua distillata. Preparare la soluzione al momento dell'uso.

Soluzione standard di lavoro (100 µg/l)

In un matraccio tarato da 50 ml, versare 5 ml di tampone, 0.5 ml di soluzione di dimetilgliosima e 5 ml di soluzione standard intermedia. Portare a volume con acqua distillata. Attendere 30 minuti prima dell'utilizzo. Preparare la soluzione al momento dell'uso.

Determinazione del Palladio nell'aria

Procedimento

Raccogliere le polveri nell'aria su filtro di cellulosa, come prescritto nelle procedure specifiche.

Piegare in 4 il filtro e inserirlo sul fondo della cella polarografica.

Versare 2 ml di HNO₃ al 65% e 2 ml di H₂O₂ al 40%. Lasciare una notte a riposo.

Portare a secco su bagno a sabbia.

Aggiungere 1 ml di HNO₃ al 65% e 1 ml di H₂O₂ al 40% e portare a secco.

Ripetere il trattamento fino ad ottenere un residuo bianco (non nero, non bruno, non giallo).

(Metodo più veloce: utilizzare un sistema di mineralizzazione a microonde).

Riprendere il residuo bianco con 10 ml di acqua, aggiungere 1 ml di tampone e 0.1 ml di soluzione di dimetilgliossima.

Osservazioni

Evitare i filtri di PTFE perché il residuo dopo ebollizione del filtro con HCl conc. non si mineralizza facilmente.

Report analitico

Determinazione del Pd nell'aria

Analisi: Filtro n. 3

Concentrazione campione = 0.64 mg Pd/kg di polveri
 = 92 ng di Pd sul filtro
 = 0.32 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ di aria

Metodo: 4 aggiunte

Tabella Volumi

Volume solvente 0 (ml)
 Sol. supporto. 11.1 (ml)
 Peso campione 0.143 (g)
 Conc. Standard 0.1 (mg/l)

Tabella altezze

#	Pot. Picco	Altezze
0	-593	145.0 nA
1	-610.7	428.5 nA
2	-606.8	622.0 nA
3	-616.2	749.4 nA
4	-616.2	881.9 nA

Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione
0	0 mg/kg	11.26 μA
1	1.40 "	39.26 μA
2	2.80 "	65.68 μA
3	4.20 "	89.62 μA
4	5.59 "	117.8 μA

$$y = ax + b$$

$$a = 18.84 \mu\text{A} \cdot \text{kg}/\text{mg}$$

$$b = 12.03 \mu\text{A}$$

$$r^2 = .9993$$

