

## Stagno

**Metodo al tropolone in soluzione di  $H_2C_2O_4$  0.1 M e di HCl 0.2 M**

**Tecnica: Differential Pulse Voltammetry (DPV/a)**

Potenziale di partenza (mV)	-300
Potenziale di arrivo (mV)	-600
Scala di corrente	20,48
Velocita' di scansione (mV/s)	20
Numero di cicli	3
Tempo di attesa iniziale (s)	5
Tempo di Gorgogliam. (s)	300
Velocita' di agitazione (rpm)	300
Grandezza della goccia (a.u.)	60

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

Sciogliere 1.5974 g di  $SnCl_2$  anidro in un litro di HCl 1+1. ( $MM_{SnCl_2} = 189.6$ ;  $MM_{Sn} = 118.69$ )

### **Elettrolita di supporto**

#### **1 - Soluzione di $H_2C_2O_4$ 1 M e di 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

#### **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  $H_2C_2O_4$  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 e' molto selettiva. Il Pb, se presente in alte concentrazioni, da' un picco che non interferisce con quello dello stagno.

### **Osservazioni**

- Trattare il campione in modo tale da avere presente in soluzione solo  $Sn^{2+}$ .

- Lo Stagno può essere determinato in soluzioni prive completamente di Pb anche mediante DPSV in soluzione di  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  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  $110^\circ\text{C}$ .

Mettere in muffola a  $600^\circ\text{C}$  fino a ceneri grigie. Raffreddare

Bagnare le ceneri con  $\text{HNO}_3$  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  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.1 M e di HCl 0.2 M.

In alternativa effettuare una digestione con  $\text{HNO}_3$  conc. e riprendere il residuo con la soluzione di  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.1 M e di HCl 0.2 M.

## Report analitico

Analisi: Liquido dei piselli in scatola  
 Concentrazione campione = 77.0  $\mu\text{g/l}$   
 Metodo: 3 aggiunte

### Tabella Volumi

Volume Solvente	0 (ml)
Volume Supporto	0 (ml)
Volume Campione	10 (ml)
Conc. Standard.	10000 ( $\mu\text{g/l}$ )

### Tabella Altezze

#	Pot. Picco	Altezza
0	-463.5	812.4 nA
1	-462.6	1.324 $\mu\text{A}$
2	-463.5	1.865 $\mu\text{A}$
3	-462	2.350 $\mu\text{A}$

### Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione	
0	0 $\mu\text{g/l}$	812.4 nA	$y = ax + b$
1	50.0 "	1.331 $\mu\text{A}$	$a = 10.55 \text{ nA}^*/\mu\text{g}$
2	100 "	1.884 $\mu\text{A}$	$b = 812.4 \text{ nA}$
3	150 "	2.386 $\mu\text{A}$	$r^2 = .9996$

