

## Arsenico totale

**Tecnica: Differential Pulse Stripping Voltammetry (DPS/a)**

**Elettrodo: Film d'oro su elettrodo di grafite vetrosa**

Potenziale di Partenza.....(mV)	-400
Potenziale di Arrivo.....(mV)	300
Scala di Corrente.....(nA/μA/mA)	±102.4 μA
Velocità di Scansione.....(mV/s)	20.0
Tempo di Deposizione.....(s)	180
Potenziale di Deposizione....(mV)	-600
Numero di Cicli.....	2
Tempo di Attesa Iniziale.....(s)	10
Tempo di Gorgogliam. a Agit...(s)	180
Velocità di Agitazione.....(r.p.m.)	500
Grandezza della Goccia....(a.u.)	60
Filtro Potenziale.....(ms)	Off
Tipo di Elettrodo.....	Esterno

### Soluzione standard concentrata di As (1 g/l)

Sciogliere 1.32 g di  $As_2O_3$  in una quantità minima di KOH al 20% (p/v). Acidificare a pH 3 con  $HNO_3$  al 20%. Diluire a 1 l con acqua distillata in matraccio tarato. ( $MM_{As_2O_3} = 197.8$ ;  $MM_{As} = 74.922$ )

### Elettrolita di supporto

1- Soluzione di HCl al 37%

2- Soluzione 1 g/l di Au.

Sciogliere 0.1 g di Au in un volume minimo di acqua regia (HCl al 37% +  $HNO_3$  al 65% 3+1, v/v).

Portare a secco, moderatamente, su becco bunsen. Riprendere il residuo con 5 ml di HCl.

Raffreddare. Portare a volume in matraccio tarato da 100 ml con acqua distillata. Conservare in recipiente scuro.

### Procedimento

Versare 20 ml di campione nella cella. Aggiungere 0.5 ml di HCl al 37% e 0.5 ml di soluzione di oro.

### Soluzione standard di lavoro (10 mg/l)

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

### Osservazioni

- Con questo metodo si determina l'arsenico totale (As(III) + As(V)). Si può usare indifferentemente uno standard di As (III) o di As (V).
- Alla fine di ogni scansione occorre eliminare le bolle di gas ( $H_2$ ) che si sviluppano sull'elettrodo con una semplice agitazione manuale.
- Non è necessario effettuare una pulizia elettrochimica dell'elettrodo dopo ogni voltammogramma perché essa viene realizzata nelle ultime fasi della scansione.

- Per aumentare la sensibilità occorre aumentare il tempo di deposizione. Se si abbassa il potenziale di deposizione oltre  $-600$  mV si sviluppa una quantità cospicua di idrogeno sull'elettrodo che causa l'aumento del disturbo di fondo, fino alla scomparsa del segnale e il danneggiamento del film d'oro.
- L'ancoretta magnetica deve stare molto vicino all'elettrodo (circa 5 mm) per assicurare una efficiente rimozione dell'idrogeno che si sviluppa.

## Report analitico

Analisi: Arsenico in acqua di falda

Concentrazione campione = 7.80  $\mu\text{g/l}$

Metodo: 5 aggiunte

### Tabella Volumi

Volume Solvente	0 (ml)
El. Supporto	1.04 (ml)
Volume campione	20 (ml)
Conc. Standard	10000 ( $\mu\text{g/l}$ )

### Tabella picchi

#	Pot. Picco	Altezza
0	28.9	6.239 $\mu\text{A}$
1	35	32.97 $\mu\text{A}$
2	35	48.78 $\mu\text{A}$
3	35.6	76.36 $\mu\text{A}$
4	36.4	102.2 $\mu\text{A}$
5	38.6	133.0 $\mu\text{A}$

### Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione
0	0 $\mu\text{g/l}$	6.564 $\mu\text{A}$
1	40.0 "	34.82 $\mu\text{A}$
2	60.0 "	51.61 $\mu\text{A}$
3	100 "	81.10 $\mu\text{A}$
4	140 "	109.0 $\mu\text{A}$
5	180 "	142.4 $\mu\text{A}$

$$y = ax + b$$

$$a = 750.6 \text{ nA} \cdot \text{l} / \mu\text{g}$$

$$b = 5.857 \mu\text{A}$$

$$r^2 = .9993$$

