

Cromo esavalente e totale

Metodo: DTPA in tampone acetato a pH 6.2

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

Potenziale di Partenza.....(mV)	-1000
Potenziale di Arrivo.....(mV)	-1400
Scala di Corrente.....(nA/µA/mA)	±20.48 µA
Velocità di Scansione.....(mV/s)	10.0
Tempo di Deposizione.....(s)	30
Potenziale di Deposizione...(mV)	-900
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 Cr (VI) (1 g/l)

Sciogliere 2.828g di $K_2Cr_2O_7$ puro essiccato in stufa, in 1 l di HNO_3 all'1%, in matraccio tarato. ($MM_{K_2Cr_2O_7} = 294.19$; $MM_{Cr} = 52.00$)

Elettrolita di supporto

Soluzione 0.05 M in DTPA (acido dietilentriammino pentaacetico), 0.2 M in CH_3COONa , 2.5 M in $NaNO_3$ a pH 6.2.

Sciogliere 1.96 g di DTPA, 1.64 g di CH_3COONa e 21.3 g di $NaNO_3$ in 80 ml di acqua distillata, portare il pH a 6.2 usando $NaOH$ al 30%.

Portare a volume il matraccio tarato da 100ml con acqua distillata.

Procedimento

Determinazione del Cr (VI)

Il Cr (VI) può essere determinato solo in campioni che non abbiano subito trattamenti ossidanti, perché altrimenti verrebbe determinato il Cr totale.

Aggiungere a 10 ml di campione neutralizzato 2 ml di elettrolita di supporto. Degasare per 10 minuti e iniziare l'analisi.

Determinazione del Cr totale

Degasare 10 ml di campione neutralizzato e poi aggiungere 2 ml di elettrolita di supporto già degasato. Iniziare immediatamente l'analisi.

Trattamento per eliminare bassi tenori di sostanze organiche nei campioni di acque naturali e superficiali.

Se sono presenti tensioattivi o altre sostanze organiche (che possono ridurre l'altezza del segnale) occorre trattare 10 ml di campione neutro con 20 µl di H_2O_2 al 30% e irradiare per un'ora con lampada UV a 150 W, in sistema chiuso per evitare l'evaporazione del campione.

Aggiungere poi 0.1 ml di $NaOH$ 0.5 M e 0.5 ml di acqua di bromo diluita 1+99. Scaldare a 60°C per 15 minuti.

Raffreddare e aggiungere 0.1 ml di H_2SO_4 0.5M.

Aggiungere infine 2 ml di elettrolita di supporto.

Acque reflue, campioni biologici, campioni solidi.

Disgregare o mineralizzare opportunamente con un attacco ossidante e riprendere il residuo con acqua distillata. Neutralizzare, portare al volume di 10 ml e aggiungere 2 ml di elettrolita di supporto.

Soluzione standard di lavoro (0.1 mg/l)

Preparare al momento dell'uso, una soluzione standard diluendo 0.1 ml di soluzione concentrata di Cr (VI) in 1 l di acqua in matraccio tarato.

Osservazioni

Anche il Cr (III) dà un picco nelle condizioni analitiche, ma la sua altezza diminuisce al crescere del tempo a partire dall'aggiunta del DTPA.

I tensioattivi riducono l'altezza dei picchi, per cui vanno eliminati con un trattamento con H₂O₂. In questo caso però viene determinato il Cr totale.

L'ossidazione con H₂O₂ va condotta a pH neutro per evitare perdite di forme volatili di Cr. Si usa acqua di bromo per ossidare il Cr (III) a Cr (VI) perché non dà interferenze.

Report analitico

Analisi: Acqua di falda - Cromo VI
 Concentrazione campione = 0.28 $\mu\text{g/l}$
 Metodo: 3 aggiunte

Tabella dei volumi

Volume solvente	0 (ml)
El. Supporto.	2 (ml)
Volume camp.	10 (ml)
Conc. Standard	100 ($\mu\text{g/l}$)

Tabella delle altezze

#	Pot. picco	Altezza
0	-1208.5	1.675 μA
1	-1219.5	4.683 μA
2	-1230.5	8.141 μA
3	-1245.6	10.63 μA

Dati regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione	
0	0 $\mu\text{g/l}$	2.010 μA	$y = ax + b$
1	0.5	5.643 μA	$a = 7.390 \mu\text{A}^*/\mu\text{g}$
2	1	9.852 μA	$b = 2.065 \mu\text{A}$
3	1.50 "	12.92 μA	$r^2 = .9967$

