

Formaldeide

Metodo: Idrazina in tampone citrato 0.1 M a pH 6.5

Tecnica: Differential Pulse Voltammetry (DPV/a)

Potenziale di partenza	(mV)	-600
Potenziale finale	(mV)	-1300
Scala di corrente		2.048 μ A
Numero di cicli		3
Tempo di attesa iniziale	(s)	5
Tempo di gorgogliam. e agit.	(s)	10
Velocita'diagitazione	(rpm)	300
Grandezza della goccia	(a.u.)	60

Soluzione standard concentrata di Formaldeide (1 g/l)

Diluire 2.74 ml di formaldeide al 36.5 % in 1 l di acqua distillata in matraccio tarato. La soluzione può essere usata al massimo per 3 mesi. Titolare la soluzione usando la procedura allegata.

Elettrolita di supporto

1- Soluzione di ammonio citrato 1 M a pH 6.5. Sciogliere 21 g di acido citrico monoidrato in 80 ml di acqua distillata. Portare il pH a 6.5 con NH_3 conc. Portare a volume in matraccio tarato da 100 ml con acqua distillata.

2- Soluzione di solfato di idrazina all'1% (p/v) in acqua distillata. Preparare la soluzione al momento dell'uso.

Procedimento

Versare nella cella 10 ml di campione, aggiungere 1 ml di soluzione di ammonio citrato a pH 6.5. Degasare per 10 min. Aggiungere 1 ml di soluzione di idrazina.

Soluzione standard di lavoro (10 mg/l)

Diluire 1+99 la soluzione concentrata in acqua distillata al momento dell'uso.

Interferenze

Altre aldeidi, in alte concentrazioni possono mascherare o far sparire del tutto il picco della formaldeide.

Usare reattivi privi di zinco perché questo metallo dà un picco coincidente con quello della formaldeide.

Elettroliti di supporto alternativi

Tampone ammonio fosfato 0.1 M – questo tampone soffre molto per la presenza di zinco.
Acido solforico 0.36 M – con questa soluzione si realizza una sensibilità più bassa e una peggiore linea di base.

Determinazione della formaldeide nell'aria

Campionare l'aria facendola gorgogliare in 25 ml di soluzione di ammonio citrato 0.1 M a pH 6.5. per 1 – 2 ore con un flusso di 1 ml/min.

Versare la soluzione di assorbimento in un matraccio tarato da 25 ml e portare a volume con la soluzione di ammonio citrato 0.1 M a pH 6.5.

Usare 10 ml di questa soluzione per l'analisi.

Titolazione della soluzione standard concentrata di formaldeide

Versare 5 ml di soluzione 1.13 M di Na₂SO₃ (142.3 g/l) preparata di fresco, in un becker da 50 ml.

Portare il pH a tra 8.5 e 10 usando NaOH.

Registrare il pH finale.

Aggiungere 10 ml di soluzione standard concentrata di formaldeide. Il pH dovrebbe diventare superiore a 11.

Titolare con H₂SO₄ 0.02 N fino al valore di pH registrato precedentemente all'aggiunta di formaldeide (occorrono circa 17 ml).

Se il pH viene sorpassato, riportare il valore a quello prefissato usando NaOH 0.01 M

Calcolare la concentrazione della soluzione in base alla:

$$C (mg / ml) = \frac{30 \cdot (N_{H_2SO_4} \cdot V_{H_2SO_4} - N_{NaOH} \cdot V_{NaOH})}{V_{sol.std.conc}} =$$
$$= 3 \cdot (N_{H_2SO_4} \cdot V_{H_2SO_4} - N_{NaOH} \cdot V_{NaOH})$$

Report analitico

Analisi: Aria nel laboratorio di analisi

Concentrazione Campione = 71 $\mu\text{g/l}$ nella soluzione
 = 33 $\mu\text{g/m}^3$ nell'aria

Metodo: 5 aggiunte con sottrazione del bianco

Tabella Volumi

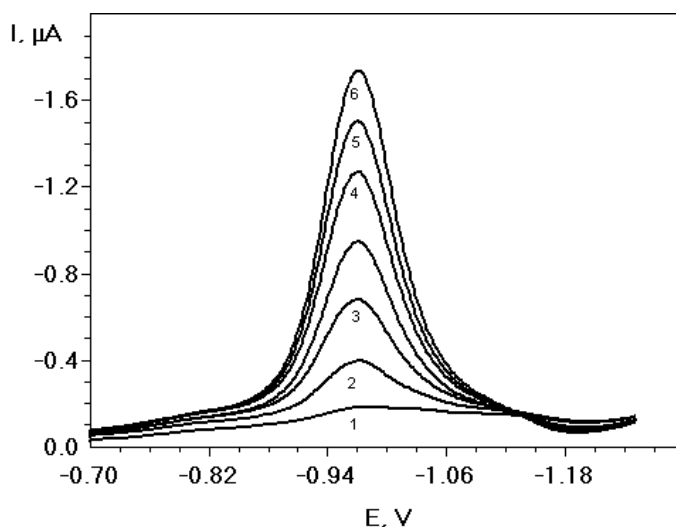
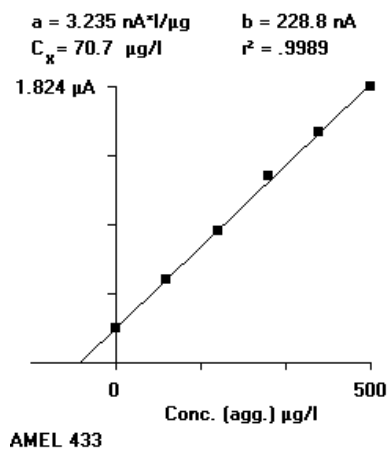
Volume Solvente	0 (ml)
Sol. Supporto	1 (ml)
Volume Campione	10 (ml)
Conc. Standard	10000 ($\mu\text{g/l}$)

Tab. Altezze

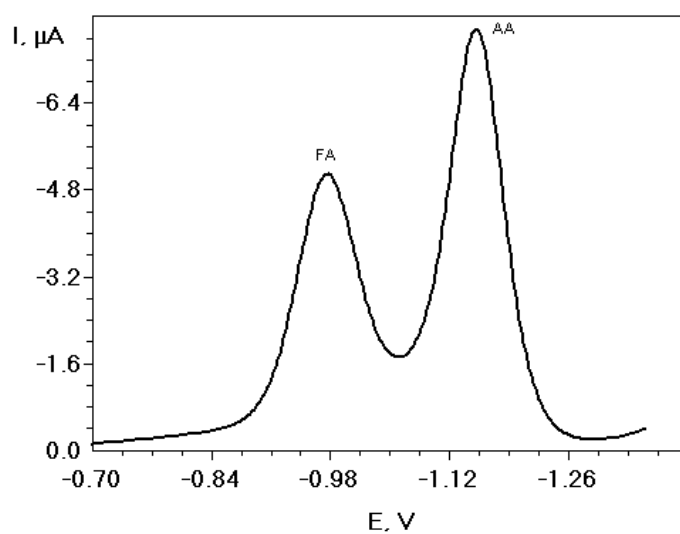
#	Pot. Picco	Altezze
0	-968.6	204.1 nA
1	-968.6	489.5 nA
2	-970	776.3 nA
3	-968.6	1.091 μA
4	-968.6	1.342 μA
5	-970.9	1.586 μA

Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione	
0	0 $\mu\text{g/l}$	224.5 nA	$y = ax + b$
1	100 "	543.4 nA	$a = 3.235 \text{ nA}^*/\mu\text{g}$
2	200 "	869.5 nA	$b = 228.8 \text{ nA}$
3	300 "	1.234 μA	$r^2 = .9989$
4	400 "	1.530 μA	
5	500 "	1.824 μA	



1= Bianco; 2= Campione; 3,4,5,6,7= Aggiunte di soluzione standard



Come si può notare la procedura può essere applicata anche alle aldeidi totali, a patto che la formaldeide non sia presente in concentrazioni elevate.

FA = formaldeide; AA= Acetaldeide (aldeidi totali)