

APPLICAZIONI PER EcaFlow in LABORATORIO

| | |
|--|---|
| APPLICAZIONE nr. | 51 |
| TITOLO | Analisi dell' MERCURIO BASSE CONCENTRAZIONI nelle acque |
| <i>Tipologia del campione</i> | Tutti i tipi di acque |
| <i>Principio di funzionamento</i> | <p>Il Mercurio (II) viene elettrochimicamente depositato sull'elettrodo poroso utilizzato dal campione in analisi che entra nello strumento</p> $\text{Hg}^{2+} = \text{Hg}^0 - 2e^-$ <p>La deposizione del Mercurio avviene applicando una corrente elettrica costante ed idonea. Il passo successivo dell'analisi è di strappare dall'elettrodo il deposito di Hg galvanostaticamente, misurando e valutando opportunamente il cronopotenziogramma di stripping utilizzato, memorizzando i valori rilevati.</p> |
| <i>Reattivi</i> | HCl, p.a., conc. KMnO ₄ , p.a. Soluzione di riferimento standard certificate per Hg(II) |
| <i>Soluzione</i> | R-013: Elettrolita (0.10 mol/dm ³ HCl) 0.01 mol/dm ³ KMnO ₄ : Reattivo |
| <i>Soluzione standard per la curva di calibrazione</i> | <p>Le soluzioni standard sono preparate nell' elettrolita R-013 con il reattivo certificato e con lo standard da 0.1 ml of 0.01 mol/dm³ KMnO₄ in 100 ml:</p> <p style="text-align: center;">Standard No. 1: 0.50 µg/dm³ Hg(II) Standard No. 2: 1.00 µg/dm³ Hg(II) Standard No. 3: 2.00 µg/dm³ Hg(II)</p> <p style="text-align: center;"><i>Nota: Se necessario preparare la concentrazione della soluzione standard a quella eventualmente presente nel campione</i></p> |
| <i>Soluzione standard per aggiunte</i> | <p>La soluzione standard viene preparata nell'elettrolita R-013 con materiale di riferimento certificate and con lo standard da 0.1 ml of 0.01 mol/dm³ KMnO₄ in 100 ml</p> $50 \mu\text{g}/\text{dm}^3 \text{ Hg(II)}$ <p style="text-align: center;"><i>Nota: Se necessario preparare la concentrazione della soluzione standard a quella eventualmente presente nel campione</i></p> |
| <i>Preparazione del campione</i> | <p><i>Campione in analisi con basse concentrazioni:</i></p> <p>Al campione in analisi avente un volume di...x... (a seconda della concentrazione di Hg presente) aggiungere 0,4 ml di acido cloridrico concentrato e 0.1 ml o 0.01 mol/dm³ KMnO₄. La soluzione diventa colorata di rosa. Diluire il campione con acqua distillata per un totale di 50 ml. La diluizione del campione è di : x ml sino a 50 ml.</p> <p><i>Campioni di acque di scarico :</i> A 5 ml di campione aggiungere 20-30 ml della soluzione del reattivo R-013 e 0.5 ml di KMnO₄ 0.01 mol/dm³ . La soluzione si dovrebbe colorare di rosa. Riscaldare la soluzione a 80-95 °C per 5-10 min. Il colore dovrebbe rimanere rosa. Se questo non avviene aggiungere altro KMnO₄ e ripetere il riscaldamento. Durante il raffreddamento regolare il volume totale a 50 ml con la soluzione del reattivo R-013. Particelle solide devono essere rimosse tramite filtrazione, centrifugazione o sedimentazione. Solid particles should be removed by filtering, centrifugation or sedimentation. La diluizione del campione è di 5 ml sino a 50 ml.</p> <p><i>Campione per il Bianco:</i> Utilizzare la stessa procedura usando acqua deionizzata anziché il campione in analisi</p> |
| <i>Elettrodo</i> | E-CA/Au |
| <i>Parametri sperimentali</i> | Potentiostatic deposition |

APPLICAZIONI PER EcaFlow in LABORATORIO

| | | |
|--|--|--|
| Calibration <input type="radio"/> Calibrationless <input type="radio"/> Calibration curve <input checked="" type="radio"/> Standard addition | Deposition <input type="radio"/> GST <input checked="" type="radio"/> PST Autosampler <input checked="" type="radio"/> Off <input type="radio"/> On | Background reading <input type="radio"/> With the first measurement only <input type="radio"/> With each measurement <input checked="" type="radio"/> With each new sample or standard <input type="radio"/> With each <input type="text" value="0"/> th sample or standard |
|--|--|--|

Note: per concentrazione del Hg sotto 5 g/dm³ selezionare il metodo "With each measurement" mode !

Setup Parameters

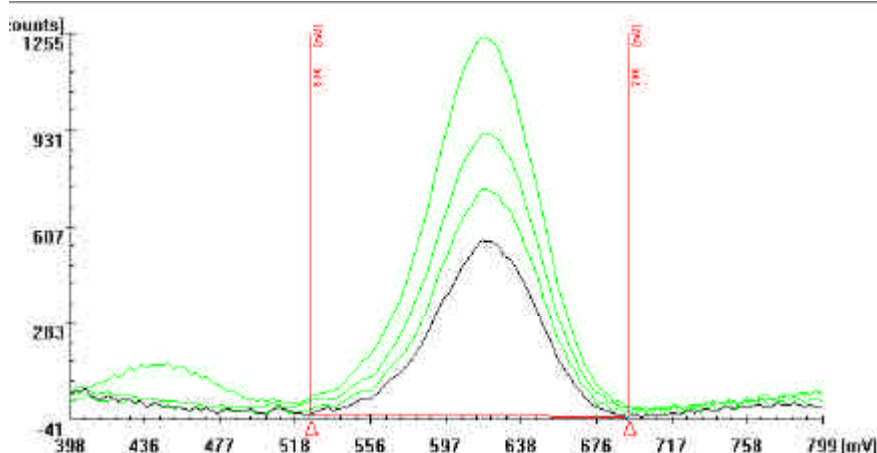
General | Preparation | Regeneration | Measure | Calibration | Calculation | Samples

| | | |
|---|--|---|
| Deposition Edepos: <input type="text" value="-200"/> mV Idepos: <input type="text" value="0"/> uA | Pause (s) Quiesc1: <input type="text" value="5"/> Quiesc2: <input type="text" value="5"/> Regen: <input type="text" value="10"/> | Flow (ml) Sample: <input type="text" value="5"/> Back: <input type="text" value="5"/> Rinse: <input type="text" value="3"/> |
| Potencial (mV) Estart1: <input type="text" value="0"/> Estart2: <input type="text" value="400"/> Estop: <input type="text" value="800"/> Eregen: <input type="text" value="800"/> Estndby: <input type="text" value="700"/> | Stripping: Istrip: <input type="text" value="1"/> uA Timeout: <input type="text" value="60"/> s Pump: <input checked="" type="radio"/> Off <input type="radio"/> On Flow: <input type="text" value="3"/> ml/min | Sample segmentation <input checked="" type="radio"/> No <input type="radio"/> Yes |

Optimum sample volumes:

| | |
|---------------------------------|-------|
| 0 – 0.2 g/dm ³ Hg: | 10 ml |
| 0.1 – 20 g/dm ³ Hg: | 5 ml |
| 10 – 1000 g/dm ³ Hg: | 1 ml |

Tipico segnale rilevato



Valutazione dei risultati

Mediante curva di calibrazione o metodo delle aggiunte standard

Dati Metrologici

Range di misura: 0.1 to 10 (1000) g/dm³ Hg
 Riproducibilità: 2.5 % at 10 g/dm³ Hg nella soluzione analizzata

Interferenze

Alcuni campioni possono contenere particelle solide che possono intasare l'elettrodo poroso. Si deve filtrare il campione prima dell'analisi
 Alte concentrazioni di gas disciolti come CO₂ possono produrre bolle all'interno dell'elettrodo con interferenze nell'analisi

Note

Eventuali campioni in analisi aventi una concentrazione di Mercurio superiore a quella indicate possono essere diluiti
 L'aggiunta di permanganato alla soluzione diminuisce il pericolo di riduzione e assorbimento nel mercurio nel materiale plastico di laboratorio