

## ESERCITAZIONE N 3

# DETERMINAZIONE DI PIOMBO E DI RAME NEL VINO MEDIANTE VOLTAMMETRIA DI RIDISSOLUZIONE ANODICA

Cu deriva da trattamenti prodotti rameici (fungicidi), non è tossico per l'uomo ma può contaminare il suolo presente in concentrazione a livello di frazioni di ppm (mg/L)

Il piombo è un metallo pesante, tossico, la cui presenza nel vino può essere dovuta all'inquinamento atmosferico da gas di scarico. La sua presenza è comunque generalmente in tracce (qualche ppb  $\mu\text{g/L}$ ).

La determinazione viene effettuata su film di mercurio tramite voltammetria di ridissoluzione anodica (anodic stripping voltammetry) mediante il metodo delle aggiunte standard

## Tecniche di ridissoluzione elettrochimica

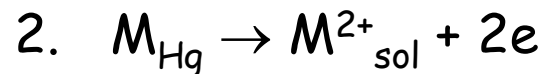
Un analita in soluzione può essere "estratto" in un materiale elettrodico. Se la determinazione viene successivamente effettuata per via elettrochimica il metodo prende il nome di *analisi elettrochimica per ridissoluzione*

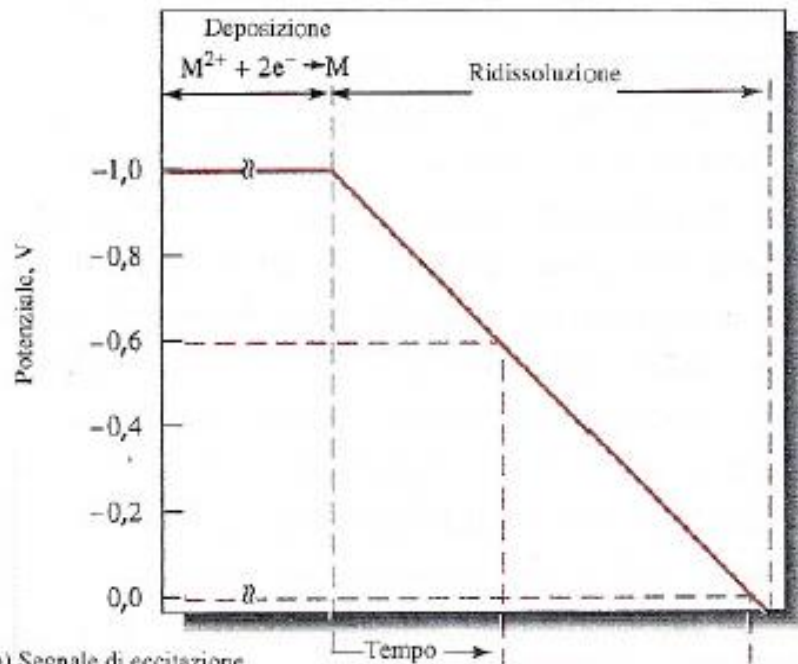
Tali tecniche permettono di aumentare la sensibilità delle analisi polarografiche in quanto prevedono uno stadio preliminare di arricchimento degli analiti sull'elettrodo di lavoro.

1° stadio → accumulo dell'analita per elettrolisi o adsorbimento per intervalli di tempo definiti e a potenziali costanti

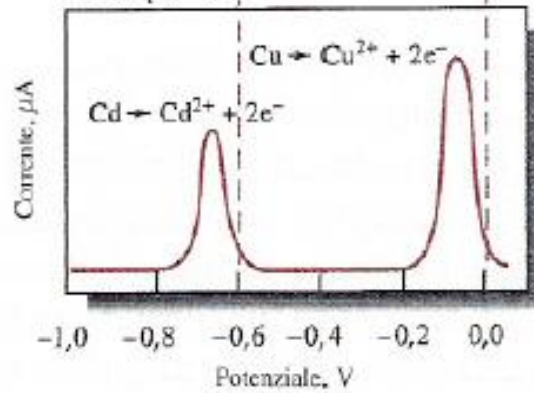
2° stadio → ridissoluzione (stripping) dell'analita in seguito a fenomeni ossidoriduttivi (p.es. scansione del potenziale in direzione anodica o catodica) con produzione di un segnale proporzionale alla concentrazione in soluzione

La tecnica più utilizzata è la voltammetria di stripping anodico (ASV) per la rivelazione di metalli in tracce (limite di rivelabilità  $10^{-9}/10^{-11}$  mol/L)

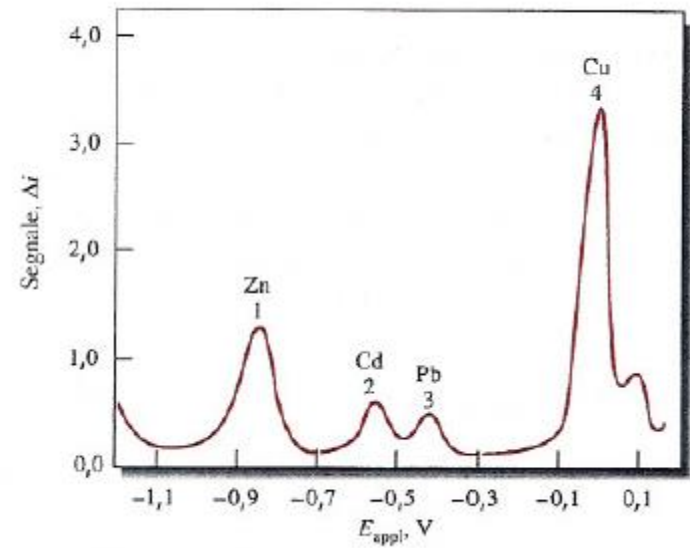




(a) Segnale di eccitazione



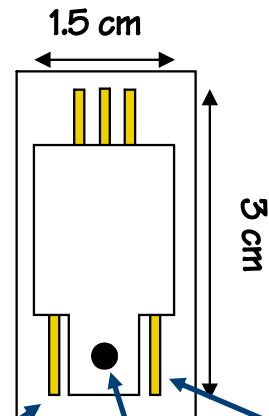
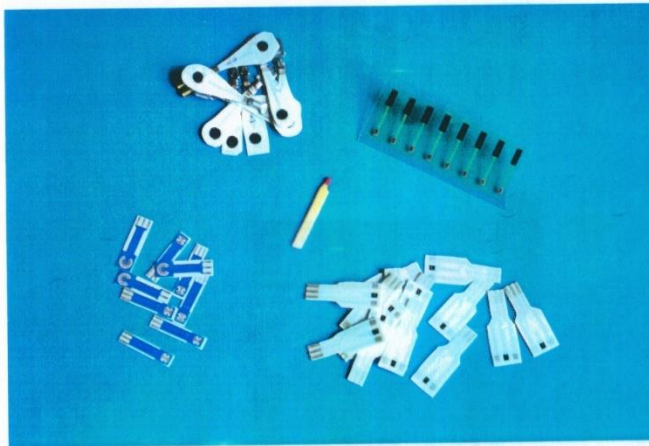
(b) Voltammogramma



1) deposizione sulla superficie di grafite dell'elettrodo di lavoro di un sottile film di mercurio tramite applicazione di un potenziale di -1.0 V vs. di riferimento, con il sensore immerso in una soluzione di  $\text{HgCl}_2$  100 ppm in HCl 0.1M per 2min. L'uso del film di mercurio aumenta la sensibilità della misura rispetto alla goccia di mercurio (maggiore rapporto A/V)

### Elettrodi stampati (Screen Printed Electrodes)

UP ↑ HAUT ↑ SOPRA ↑ おもて ↑ BOVEN ↑ ARRIBA ↑ OBEN ↑ UP ↑ HAUT ↑ SOPRA ↑ おもて ↑ B



Elettrodo di riferimento (Ag)

Controelettrodo (grafite o Ag)

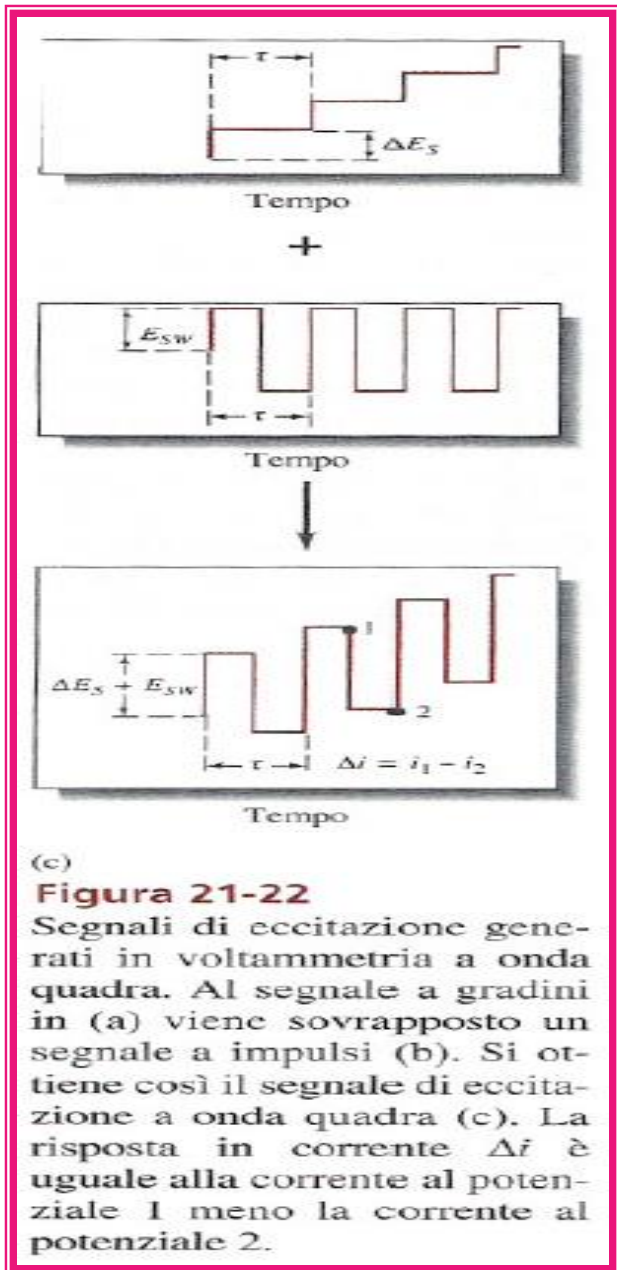
Elettrodo di lavoro (grafite)

2) Misura del bianco. Il sensore viene trasferito in un beaker da 10 ml contenente 5 ml di HCl 0.1M.

Condizioni di misura: tempo di accumulo = 2 min, potenziale di accumulo dei metalli = -0.8V vs. riferimento, tempo di stabilizzazione = 30s, voltammetria ad onda quadra.

Condizioni della voltammetria: ampiezza 28 mV, frequenza 15 Hz, gradino di potenziale 3 mV.

Condizionamento: 60s a -300mV



3) Individuazione dei picchi di ossidazione di Cu e Pb. Viene eseguita la stessa procedura del bianco per una soluzione standard contenente  $Pb^{+2}$  e  $Cu^{+2}$

4) Misura del campione. Una aliquota di vino viene diluita in HCl 0,1 M e misurata, l'altezza dei picchi di Cu e Pb registrata

5) Aggiunte standard. Si ripete la misura aggiungendo al vino una serie (3 o 4) concentrazioni diverse di soluzione standard (tra 0,1 -1 ppm di Cu e tra 5 e 100 ppb di Pb)

6) Si calcola la concentrazione di Pb e Cu presente nel campione su foglio excel

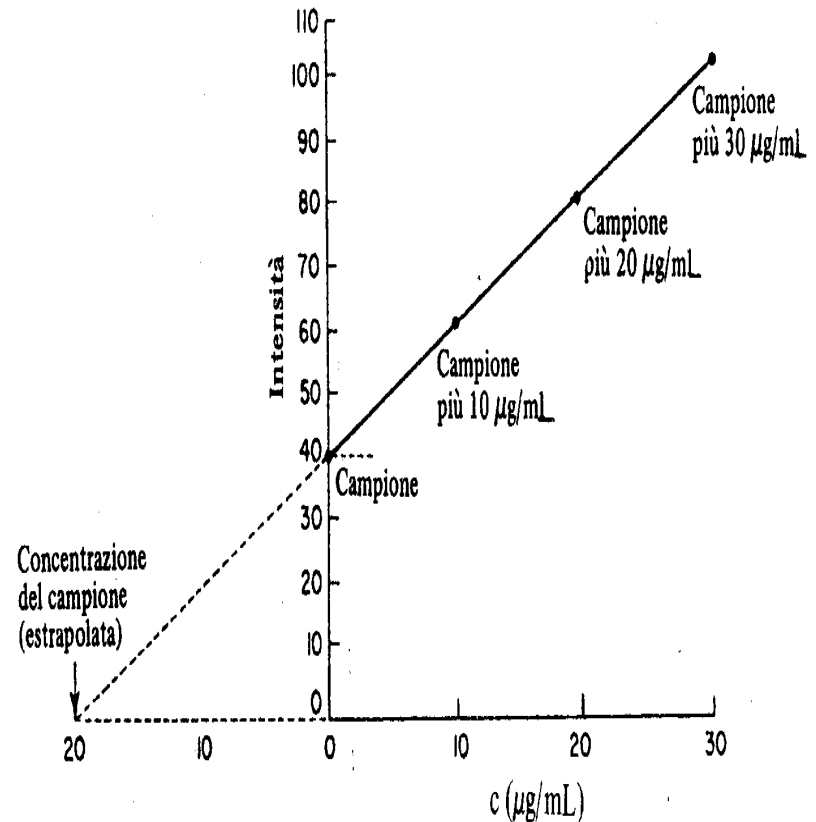


Fig. 7: Metodo delle aggiunte

## DILUIZIONI

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

preparare 200 mL di una soluzione 15 mM di acido acetico a partire da una soluzione 0.1 M

Che volume devo prendere?  $100 (C_1) \times x (V_1) = 15 \times 200$

$x = 30$  mL di acido acetico 0.1 M