

FUELS, GAZOLES DOSAGE DU VANADIUM

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant le dosage du "Vanadium" à l'état de traces dans les fuels et les gazoles.

2.PRINCIPE

Le dosage se fait en absorption atomique par la méthode des ajouts.

3.APPAREILLAGE

- Matériel courant de laboratoire.
- Absorption atomique.

4.REACTIFS

4.1.XYLENE

pour analyses

4.2.ACETONYLACETONE

pour analyses

4.3.ACIDE ETHYL-2-HEXANOÏQUE

4.4.BIS (1 PHENYL-1-3 BUTANEDIENO) OXOVANADIUM

(C₆ H₅ - CO - CH₂ - CO - CH₂)₂ VO à 99 %

4.5.SOLUTION-MERE

à 500 mg/l de V dans le xylène

- Peser 385 mg de réactif (4.4) dans un bécher de 100 ml. Ajouter :
 - 3 ml de xylène (4.1),
 - 3 ml d'acide éthyl-2-hexanoïque (4.3),
 - 4 ml d'acétonylacétone.
- Chauffer légèrement au bain de sable jusqu'à dissolution complète.
- Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml et ajuster au xylène.
1 ml --> 0,5 mg de Vanadium

4.6.SOLUTION-FILLE

à 10 mg/l

- Prélever 2 ml de la solution-mère (4.5).
- Les introduire dans une fiole de 100 ml.
- Ajuster au xylène. Homogénéiser.
1 ml --> 0,01 mg de Vanadium

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ETALONNAGE PAR LA METHODE DES AJOUTS

- Dans quatre fioles jaugées de 50 ml, introduire 10 g de combustible.
- Puis ajouter 0 - 1 - 2 - 4 ml de la solution (4.6).
soit 0 - 0,01 - 0,02 - 0,04 mg de V.
- Ajuster au xylène. Homogénéiser.

5.2.DOSAGE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

- Le dosage se fait avec une lampe à cathode creuse au Vanadium.
 $\lambda = 318,4 \text{ nm}$
Fente 160 (bande passante = 0,5 nm)
- Optimiser avec une flamme protoxyde-acétylène.
- Les conditions conseillées sur le spectromètre IL 151 sont les suivantes :
Protoxyde 13,4 l/min
Acétylène 7 l/min
- Régler le zéro sur le xylène pur, puis enregistrer les pics obtenus par les différents échantillons, représentant l'absorbance, ou mieux les valeurs obtenues en travaillant en expansion maximum.

5.3.REPRESENTATION GRAPHIQUE

Porter ensuite sur un graphique la hauteur des pics en fonction de l'ajout.

L'abscisse à l'origine donne la quantité de Vanadium en mg pour la prise d'essai, soit P mg.

Remarques :

- Précautions à prendre avec un solvant.
 - Placer du xylène dans tout le circuit de vidange.
 - Allumer la flamme en air-acétylène.
 - Nébuliser le xylène avant de basculer en protoxyde d'azote.
 - Nébuliser en passant très rapidement d'un échantillon à l'autre.
 - L'enregistrement des hauteurs de pics est important et indispensable par suite du manque de sensibilité et de l'instabilité des comptages.
 - Pour les fuels lourds, il est préférable de travailler sur 5 g.
- Au cas où la dilution dans le xylène présenterait quelques difficultés, chauffer légèrement la prise d'essai au voisinage de 60 °C.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

$$\% \text{ Vanadium} = \frac{P \times 100}{10^3 \times 10} = P \times 10^{-2}$$

$$\text{ou en ppm Vanadium} = P \times 10^2 = 100 P$$