

Vanadio

Metodo: Acido cloranilico in tampone acetato 0.1 M a pH 4.5

Tecnica: Differential Pulse Stripping Voltammetry (DPS/a)

Potenziale di Partenza.....(mV)	-250
Potenziale di Arrivo.....(mV)	-700
Scala di Corrente.....(nA/μA/mA)	±2.048 μA
Velocità di Scansione.....(mV/s)	20.0
Tempo di Deposizione.....(s)	30
Potenziale di Deposizione....(mV)	-250
Numero di Cicli.....	2
Tempo di Attesa Iniziale.....(s)	5
Tempo di Gorgogliam. a Agit...(s)	20
Velocità di Agitazione.....(r.p.m.)	300
Grandezza della Goccia.....(a.u.)	30

Soluzione standard concentrata di V (1 g/l)

Sciogliere 1.7852 g di V_2O_5 in 10 ml di HNO_3 al 65%. Diluire a in 1 litro con acqua distillata, in matraccio tarato. ($MM_{V_2O_5} = 181.88$; $MM_V = 50.94$).

Elettrolita di supporto

1- Tampone acetato 0.1 M a pH 4.5.

Sciogliere 8.2 g di CH_3COONa anidro (o 13.6 g di $CH_3COONa \cdot 3H_2O$) in 800 ml di acqua distillata. Aggiungere 5.75 ml di CH_3COOH glaciale. Controllare il pH.

Portare a volume in matraccio tarato da 1 l con acqua distillata.

2- Soluzione di acido cloranilico allo 0.2% in etanolo

Procedimento

Aggiungere 2 ml di tampone acetato e 200 μl di soluzione di acido cloranilico a 10 ml di campione neutro.

Soluzione standard di lavoro (1 mg/l)

Preparare, al momento dell'uso, una soluzione standard diluendo 1 + 999 la soluzione standard concentrata di V.

Determinazione del Vanadio negli idrocarburi

Si determina il vanadio dopo aver incenerito il campione secondo la norma UNI 7342 e riprendendo le ceneri con HCl al 10%.

Preparazione della soluzione per la determinazione del Vanadio nei prodotti petroliferi

Versare 50 ml di benzina, gasolio o kerosene (o 50 g di petrolio, olio combustibile, olio lubrificante) in una capsula di porcellana.

Lasciare ad evaporare una notte sotto cappa spirante.

Brucciare con cautela i residui con becco Bunsen.

Regolare il riscaldamento in modo che la fiamma bruci uniformemente e lentamente.

Alla fine si deve ottenere un residuo carbonioso.

Incenerire in muffola a 600°C.

Riprendere le ceneri con 10 ml di HCl al 10% e versare in matraccio tarato da 50 ml.

Lavare la capsula con acqua distillata e portare a volume con le acque di lavaggio nel matraccio.

Report analitico

Analisi: Gasolio

Concentrazione Campione = 3.28 $\mu\text{g/l}$

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

Volume Solvente	0 (ml)
Sol. Supporto	2.9 (ml)
Volume Campione	10 (ml)
Conc. Standard	1000 ($\mu\text{g/l}$)

Tab. Altezze

#	Pot. Picco	Altezze
0	-520.5	207.2 nA
1	-516.8	593.0 nA
2	-519.1	924.1 nA
3	-511.3	1.251 μA
4	-516.8	1.575 μA
5	-516.8	1.927 μA

Dati Regressione

#	Conc. Agg.	Altezza x diluizione
0	0 $\mu\text{g/l}$	267.4 nA
1	5.00 "	768.0 nA
2	10.0 "	1.201 μA
3	15.0 "	1.634 μA
4	20.0 "	2.064 μA
5	25.0 "	2.534 μA

$$y = ax + b$$

$$a = 89.46 \text{ nA} \cdot \text{l} / \mu\text{g}$$

$$b = 293.2 \text{ nA}$$

$$r^2 = .9994$$

