

2.40. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В КАТАЛИТИЧЕСКИХ БЛОКАХ НЕЙТРАЛИЗАТОРОВ ВЫХЛОПНЫХ ГАЗОВ

Мельникова Н.В., Светличный О.В.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский электрохимический комбинат», Завод автомобильных катализаторов; 624131, РФ, Свердловская обл., г.Новоуральск, ул.Дзержинского, д. 2, uvt88@ueip.ru

Предложена методика приготовления стандартных образцов (СО) с аттестацией по процедуре приготовления для количественного определения содержания металлов, в том числе драгоценных, рентгеноспектральным методом (РСА) в каталитических блоках (КБ) нейтрализаторов выхлопных газов. При этом драгоценные металлы (ДМ) – это металлы платиновой группы (Pt, Pd, Rh) с содержанием в КБ от сотых долей процента при различном соотношении друг с другом. Остальные металлы – это так называемые «базовые» металлы (Si, Al, Ce, Zr), содержание которых в КБ составляет от единиц до десятков процентов и специально вводимые металлы (Ba, La, Mo и др.) с содержанием в КБ не более десяти процентов. Методика разработана в отделении контроля производства Завода автомобильных катализаторов «Уральского электрохимического комбината».

Одним из отправных моментов при создании СО для РСА является идентичность их состава составу контролируемого изделия как по химическим, так и по физическим характеристикам. Должны учитываться гранулометрический состав, площадь поверхности исходных материалов, способы активирования драгоценными металлами, соотношение ДМ и прочих материалов в КБ и др. Наличие в КБ большого количества металлов в различных фазовых состояниях, специфичная морфология КБ обуславливают появление при РСА сложных матричных эффектов (наложения, возбуждения, поглощения). Из-за идентичности состава эти же эффекты проявляются и при создании СО. Их исключение и учет представляют сложную задачу для аналитика. Решенная для одного КБ, она требует нового решения, например, при замене или количественном изменении одного из материалов.

Практика создания СО показала, что для успешного решения задачи по количественному определению состава КБ необходимо проводить оптимизацию большого набора параметров:

- определение количества СО и их состава;
- подготовка материалов, составляющих СО и определение их характеристик;
- разработка способа внесения ДМ;
- смешение материалов СО;
- доведение смеси до требуемого гранулометрического состава;
- термообработка смеси;
- гомогенизация смеси;
- учет массовой доли твердого вещества в смеси и в исходных материалах;
- определение условий хранения СО.

Установление метрологических характеристик СО проводилось на рентгенофлуоресцентных спектрометрах фирмы ThermoARL ARL8480S (1994 г.в.) и ADVANT'XP+ (2001 г.в.).

В настоящее время разработаны, приготовлены и аттестованы шесть комплектов СО, состоящие, в среднем, из сорока СО каждый.

2.41. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Метелев А.Ю., Полякова Н.В., Сарин С.А.

Институт химии ДВО РАН, РФ, г. Владивосток, пр. 100-летия Владивостока, 159, metelev@ich.dvo.ru

На протяжении 30 лет в лаборатории ядерно-физических методов анализа Института химии ДВО РАН проводится анализ содержания золота и платиновых металлов в геологических пробах Дальневосточного региона. Для этих целей используются уже зарекомендовавшие себя рентгенорадиометрический и нейтронно-активационный, а также новый рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением (РФА ПВО). Совокупность представленных методов позволяет проводить анализ разнообразных проб и с большими, и с малыми, и даже со следовыми содержаниями золота и платиновых металлов.