

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ Pt и Rh В КАТАЛИЗАТОРАХ НА КЕРАМИЧЕСКОЙ ОСНОВЕ

*М.Н. Филиппов¹, Ю.В. Антонова², О.И. Лямина¹, Т.А. Куприянова¹, Ю.А. Карпов²,
В.А. Бухряков²*

*¹Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, 119991, Москва,
ГСП-1, Ленинский проспект, 31*

*²ГНЦ РФ ОАО Государственный научно-исследовательский и проектный институт
редкометаллической промышленности «ГИРЕДМЕТ», 119017, Москва, Б.
Толмачевский пер., д. 5, стр. 1*

В последнее время все большее значение в качестве источника металлов платиновой группы (МПГ) приобретают дезактивированные катализаторы (ДК). Основными активными компонентами ДК являются Pt, Pd и Rh, содержание которых варьируется от 10^{-3} до 10^{-1} % масс. В катализаторах на керамической основе содержится до 40% оксида Si, до 10% оксида Mg, а также до 5% оксидов Ce, Zr, Ti и др. ДК в своем составе также могут содержать различные примеси (Pb, Mn, Fe, S, P и т.д.), которые попадают из бензина и масляных добавок в процессе эксплуатации. Нередко пробы ДК, поступающие на анализ, могут состоять из смеси различных типов катализаторов, отличающихся по содержанию МПГ и составу носителей. Таким образом, дезактивированные катализаторы, как объект анализа, представляют собой сложные многокомпонентные системы, отличительными особенностями которых являются нестереотипный состав, неоднородность проб, а также отсутствие адекватных стандартных образцов состава.

При анализе ДК в ряду физических и физико-химических методов аналитического контроля рентгенофлуоресцентный метод анализа (РФА) имеет ряд преимуществ: общность методологии и последовательности процедур определения для всех МПГ; отсутствие необходимости перевода твердой пробы в раствор; независимость интенсивности аналитических линий от формы нахождения МПГ; возможность достижения низких пределов обнаружения ввиду относительно высоких атомных номеров МПГ.

Проведен количественный РФА катализаторов на керамической основе с применением способа добавок. Рассмотрены основные проблемы, возникающие при анализе дисперсных проб: влияние гранулометрического состава излучателя на величину аналитического сигнала и ненасыщенность пробы по определяемым элементам. Разработан подход к подготовке проб ДК и образцов сравнения (ОС) для градуировки. Показано, что наиболее приемлемыми являются ОС, приготовленные способом добавки к материалу пробы растворов солей МПГ. Выбраны условия генерации и регистрации рентгеновского излучения на РФ анализаторе VRA-33 (Cr анод, 50кВ*30мА, LiF200, вакуум, аналитические линии – PtL α , RhK α). Получены экспериментальные зависимости интенсивностей аналитических линий от величины введенной добавки. Линейность зависимости для PtL α сохраняется при введении добавок до 0,2 % масс. Pt, для RhK α - до величины 0,06 % масс. Rh. Пределы обнаружения и определения соответственно составили для Pt 0,003% и 0,010% масс., для Rh 0,001% и 0,005% масс.

Определены содержания МПГ в исходной пробе: Pt – 0,092 %, Rh – 0,021% масс. Относительные стандартные отклонения S_r для Pt и Rh составили 0,06 и 0,11. Для контроля правильности получены результаты атомно-абсорбционного анализа ДК: Pt – $0,088 \pm 0,003$ % масс.; Rh – $0,018 \pm 0,002$ % масс. Результаты межметодного сравнительного эксперимента являются сопоставимыми.