

**CATALYSEURS POUR POTS D'ECHAPPEMENT - ANALYSE
ELEMENTAIRE QUANTITATIVE DU SUPPORT ET DES
METAUX PRECIEUX-SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X**

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant l'analyse élémentaire quantitative du support à base de cordiérite (silicate de magnésium et d'aluminium) et de l'ensemble des éléments catalytiques tels que platine, rhodium, nickel, cérium, etc., imprégnant le dépôt d'alumine γ du support, éléments constitutifs des catalyseurs pour pots d'échappement.

2.PRINCIPE

Broyage du pain catalytique (support + dépôt avec imprégnation) suivi d'une attaque à l'eau régale puis pastillage. Le dosage est effectué par spectrométrie de fluorescence X.

3.APPAREILLAGE

3.1.BECHERS EN TEFLON

3.2.BROYEUR HERZOG

3.3.ETUVE REGLABLE

à 200 °C.

3.4.MELANGEUR - BROYEUR TYPE SPEX 8000

3.5.PRESSE TYPE HERZOG

3.6.APPAREIL DE FLUORESCENCE X

3.7.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1. ACIDE CHLORHYDRIQUE

d = 1,18.

4.2. ACIDE NITRIQUE

d = 1,38.

4.3. LIANT

(cire en micropoudre type WAX de HOECHST).

4.4. ALUMINE ACTIVEE

(ou alumine α).

4.5. SILICE

4.6. MAGNESIE

(MgO).

4.7. OXYDE DE NICKEL

(NiO).

4.8. OXYDE DE CERIUM

(CeO₂).

4.9. SERIE D'ETALONS

référence ENGELHARD : 432 - 433 - 434 et 436.

5. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS

5.1 Prélever un pot catalytique par lot de 1200 pièces.

5.2 Sur chaque pain, faire 3 prélèvements :

- à l'entrée,
- au milieu,
- à la sortie.

Chacun de ces prélèvements pesant environ 50 grammes.

6.MODE OPERATOIRE

- Passer chaque prélèvement dans le broyeur (3.2) pendant une minute.
- Peser 10 g d'échantillon broyé.
- Après les avoir versés dans un bécher en téflon, ajouter 15 ml d'acide (4.1) puis 5 ml d'acide (4.2).
- Chauffer environ 1/4 d'heure au bain de sable.
- Quand l'attaque est terminée, faire évaporer tout l'acide sur bain de sable puis terminer le séchage en étuve (3.3) à 200 °C pendant une nuit.
- Récupérer alors la totalité du résidu et l'introduire dans le creuset du mélangeur (3.4) avec deux billes en carbure de tungstène.
- Ajouter 2 g de liant (4.3).
- Agiter au mélangeur (3.4) pendant 10 minutes.
- Le mélange ainsi obtenu est pastillé sous 20 tonnes pendant 20 secondes à la presse (3.5).

L'échantillon est alors prêt pour l'analyse en fluorescence X.

7.ETALONNAGE

7.1.ELEMENTS PLATINE ET RHODIUM

Réaliser des pastilles à partir des étalons (4.9) selon le mode opératoire cité ci-dessus.

La gamme d'analyse est la suivante :

Référence étalons	% (m/m) Pt	% (m/m) Rh
432	0,287	0,0539
433	0,268	0,0507
434	0,234	0,0442
435	0,206	0,0398
436	0,155	0,0317

7.2.ELEMENTS ALUMINIUM, SILICIUM, MAGNESIUM ET CERIUM

Réaliser trois pastilles A, B et C selon le mode opératoire cité ci-dessus à partir des réactifs (4.4), (4.5), (4.6), (4.7) et (4.8) dans les proportions indiquées dans le tableau ci-dessous.

	Masse en grammes des pastilles		
	Pastille A	Pastille B	Pastille C
Al ₂ O ₃	4,000	5,000	6,000
MgO	1,000	0,700	0,500
NiO	0,100	0,150	0,200
CeO ₂	0,050	0,100	0,150
SiO ₂	4,850	4,050	3,150
Total	10,000	10,000	10,000
Cire	2,000	2,000	2,000