

CATALYSEURS POUR POTS D'ECHAPPEMENT - ANALYSE QUANTITATIVE DU PALLADIUM, DU PLATINE ET DU RHODIUM (ABSORPTION ATOMIQUE AU FOUR A GRAPHITE)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant l'analyse quantitative des métaux précieux tels que le palladium, le platine et le rhodium qui imprègnent le dépôt d'alumine des catalyseurs.

2.PRINCIPE

Après mise en solution de l'échantillon par un mélange d'acides, la liqueur obtenue est analysée par absorption atomique au four à graphite.

La sensibilité de la méthode est très nettement améliorée par rapport à l'absorption atomique classique (flamme) du fait de la température plus élevée et de l'atomisation en atmosphère de gaz inerte. L'avantage étant de pouvoir utiliser des échantillons de masse faible (de l'ordre de 100 mg).

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

équipé d'un four à graphite et des cathodes creuses spécifiques des éléments à doser.

3.2.BROYEUR MELANGEUR, TYPE SPEX 8000

3.3.BOMBE D'ATTAQUE

de 25 ml gainée en polytétrafluoréthylène, référence 04 158.284 de PROLABO.

3.4.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.5.ETUVE THERMOSTATEE

à 140 °C.

3.6.FIOLES JAUGEES EN PLASTIQUE

de 50 et 100 ml.

3.7.FIOLES JAUGEES

de 500 ml.

3.8.PIPETTES

de 5 ml.

4. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1. EAU DEMINERALISEE

4.2. ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), $d = 1,18$.

4.3. ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), $d = 1,38$.

4.4. EAU REGALE

Mélange en volume de 3 parties d'acide chlorhydrique (4.2) et d'une partie d'acide nitrique (4.3).

4.5. ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), $d = 1,13$.

4.6. TETRACHLOROPALLADATE D'AMMONIUM

[PdCl₄ (NH₃)₂].

4.7. ACIDE HEXACHLOROPLATINIQUE

(H₂ PtCl₆, 6H₂O).

4.8. RHODIUM (III) CHLORURE

(RhCl₃, 4H₂O).

4.9. SOLUTION ETALON

à 100 µg/ml de palladium.

- Peser 133,5 milligrammes de tétrachloropalladate d'ammonium (4.6) à l'aide de la balance (3.4).
- Les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.7), ajouter 25 millilitres d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter à 500 millilitres avec de l'eau (4.1) puis homogénéiser.

4.10. SOLUTION ETALON

à 100 µg/ml de platine.

- Peser 132,8 milligrammes d'acide hexachloroplatinique (4.7) à l'aide de la balance (3.4).
- Les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.7), ajouter 25 millilitres d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter à 500 millilitres avec de l'eau (4.1) puis homogénéiser.

4.11. SOLUTION ETALON

à 100 µg/ml de rhodium.

- Peser 128,0 milligrammes de rhodium (III) chlorure (4.8) à l'aide de la balance (3.4).
- Les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.7), ajouter 25 millilitres d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter à 500 millilitres avec de l'eau (4.1) puis homogénéiser.

4.12. CORDIERITE

(silicate d'aluminium et de magnésium) exempte de métaux d'imprégnation (la cordiérite constitue le support sur lequel l'alumine imprégnée de métaux précieux est déposée).