

**CATALYSEURS DE POST-COMBUSTION AUTOMOBILE
DOSAGE DE L'IRIDIUM
SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X
DISPERSIVE EN LONGUEUR D'ONDE**

Page 1/6

Sans restriction d'utilisation**AVANT-PROPOS**

La présente méthode permet la quantification de l'iridium dans les catalyseurs de post-combustion automobile, la difficulté de mise en solution de l'iridium ne permettant pas de le doser par spectrométrie d'émission plasma (ICP).

Elle est complémentaire à la méthode D40 5350, utilisée pour le dosage des métaux précieux (Pt, Pd et Rh), des dopants et stabilisants (Ce, La, Ba, Zr, Fe, Mn, ...).

La méthode D40 5350 ne convient pas pour le dosage de l'iridium dont la mise en solution reste incomplète.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en iridium dans les catalyseurs de post-combustion automobile.

Elle concerne les échantillons dont la teneur en iridium est comprise entre 0,1 % et 0,6 % massique. L'incertitude absolue calculée est de 0,01 % massique, soit une incertitude relative de 2,5 % pour une concentration de l'ordre de 0,4 % massique en iridium dans les catalyseurs.

2.PRINCIPE

Après pastillage, l'échantillon est analysé par spectrométrie de fluorescence X.

Le nombre de coups par seconde de la raie Ir-L α à 0,1350 nm et du bruit de fond à 0,1322 nm et à 0,1385 nm sont mesurés. La différence des comptages de la raie Ir-L α et du fond à 0,1350 nm obtenu par régression polynomiale est alors calculée.

La teneur en iridium de l'échantillon est déterminée d'après une courbe d'étalonnage. Etant donné l'absence d'étalons certifiés à l'iridium, les étalons seront préparés selon le mode opératoire (6.2.).

3.APPAREILLAGE**3.1.BROYEUR HERZOG****3.2.TAMIS,**

avec ouverture des mailles à 63 μ m.

3.3.BALANCE ANALYTIQUE,

par exemple METTLER TOLEDO AG245, lecture à 0,1 mg près.

3.4.MORTIER,

en porcelaine, avec pilon en agate.

3.5.MINI-PRESS,

par exemple PHILIPS (référence PW4020/00).

3.6.CRISTALLISOIRS**3.7.PIPETTES GILSON,**

1 ml, 5 ml ou 10 ml.

3.8.BAIN DE SABLE,

à 170 °C minimum.

3.9.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X DISPERSIF EN LONGUEUR D'ONDE,

référence : PHILIPS PW 2404.

Utiliser tout spectromètre respectant les caractéristiques indiquées dans le tableau ci-après.

Caractéristiques du spectromètre

COMPOSANT	CARACTERISTIQUE
Anode	Rhodium
Tension	60 kV
Courant	65 mA
Filtre	Al (750 µm)
Collimateur	Fin (150 µm)
Cristal d'analyse	LiF.200
Atmosphère	Vide
Détecteur	Compteur à scintillation

4.PRODUITS ET REACTIFS*Nota : Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité pour analyses.***4.1.ACETONE****4.2.SOLUTION, DE N-BUTYL METHACRYLATE DANS ACETONE,**

200 g/l.

4.3.ACIDE BORIQUE,H₃B₃O₃ de Prolabo, référence 20 IP3-291.**4.4.SOLUTION ETALON D'IRIDIUM,**

1 mg/ml.

Utiliser de préférence la solution étalon de Accustandard, référence ICP-26H-5.