

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЕБРА, ПАЛЛАДИЯ И МЕДИ В ПРОБАХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ПАЛЛАДИЯ И СЕРЕБРА РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫМ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

Спевак Р.А.^{1,2}, Лисиенко М.Д.¹

¹) АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов» г. Верхняя Пышма,
Россия

²) Уральский Федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина, г. Екатеринбург, Россия
E-mail: rspevak.00@gmail.com

DETERMINATION OF THE MASS FRACTION OF SILVER, PALLADIUM AND COPPER IN SAMPLES OF ALLOYS BASED ON PALLADIUM AND SILVER BY X-RAY FLUORESCENCE METHOD

Spevak R.A.^{1,2}, Lisienko M.D.¹

¹) JSC "Ekaterinburg Non-Ferrous Metals Processing Plant" Verkhnyaya Pyshma, Russia

²) Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,
Ekaterinburg, Russia

A method has been developed for the determination of palladium, silver and copper in palladium-silver, silver-palladium and palladium-silver-copper alloys by X-ray fluorescence analysis. An experiment was conducted to collect statistical data for assessing metrological characteristics.

Тяжело назвать сферу науки и техники, в которой не применялись бы редкие и драгоценные металлы. Сплавы на основе палладия, серебра – не исключение, они широко применяются в разных областях промышленности (электроника, микроэлектроника, химическая промышленность). В нашей стране драгоценные металлы подлежат строгому контролю и учету со стороны надзорных органов, следовательно, аналитический контроль становится очень важной задачей. Основным стандартизованным методом определения палладия, серебра и меди в палладиево-серебряных, серебряно-палладиевых и палладиево-серебряно-медных сплавах является объемное и потенциметрическое титрование. Но титрование требует сложной пробоподготовки, невозвратных потерь дорогостоящего материала проб. Для сокращения длительности выполнения анализа и расхода материала проб в спектральной лаборатории АО «ЕЗ ОЦМ» была разработана методика определения массовой доли палладия, серебра и меди в палладиево-серебряных, серебряно-палладиевых и палладиево-серебряно-медных сплавах рентгенофлуоресцентным методом. Методика измерений позволяет количественно определять металлы в широких диапазонах: палладий от 16,50 до 81,00 %, серебро от 19,00 до 83,50 % и медь от 1,00 до 5,50 %.

Для анализа сплавов использовали волновой рентгеновский спектрометр Axios MAX PANalytical (Нидерланды) с генератором высокого напряжения мощностью 4 кВт и рентгеновской трубкой с молибденовым анодом.

Анализируемые пробы поступают в виде дисков диаметром 20 мм, толщиной 2 - 3 мм. Процедура пробоподготовки заключается в токарной обработке поверхностей дисков.

Выполнение анализа предполагает использование метода постоянного графика. Для получения градуировочной зависимости использовались стандартные образцы ранга СОП состава серебряно-палладиевых, палладиево-серебряных и палладиево-серебряно-медных сплавов, с установленной метрологической прослеживаемостью. В качестве аналитических линий использовались линии $K\alpha$ палладия, серебра и меди. Подобраны оптимальные условия пробоподготовки и возбуждения аналитического сигнала.

Проведен эксперимент по набору статистических данных для оценивания показателей качества. Обработка полученных в результате эксперимента данных производилась по алгоритму, представленному в РМГ 61-2010, с применением образцов для оценивания. Установлены точностные характеристики методики в виде значения расширенной неопределенности и ее составляющих.

Для сравнения аналитических возможностей волнового и энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного метода дополнительно проведен эксперимент по набору статистических данных на энергодисперсионном рентгеновском спектрометре SPECTRO XEPOS (Германия) и выполнен сравнительный анализ аналитических возможностей двух типов рентгенофлуоресцентных спектрометров.