

ВОЙСКОВАЯ ЧАСТЬ 34435**АККРЕДИТОВАННЫЙ ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР "АНКОМ"**

Юридический адрес: 101000, г. Москва, Войсковая часть 34435
Телефон, факс: 131-39-19
Расчетный счет: № 40503 81000 00000 00012 в отделении № 4 ГУ ЦБ РФ
по г. Москве БИК 044 579-000

АТТЕСТАТ "Системы"
№ ГСЭН.RU.ЦОА.239 от 17 мая 1999 г.
(РОСС RU.0001.511754)



**ПРОТОКОЛ
ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ
№ 26 от 01 июня 2001 г.**

1. **Наименование предприятия, организации, (заявитель):**
Институт физики фуллеренов и новых материалов РАЕН
2. **Юридический адрес:** Москва, 109004, Воронцовская ул. 21А
3. **Наименование образца (пробы):**
образец платинового концентрата "КП-2", образец остатка после проведения операции извлечения благородных металлов "Остаток синтеза"; три образца палладия "Pd-1", "Pd-3" и "Pd-10"; два образца платины "Pt новая" и "Pt старая"
4. **Изготовитель (фирма, предприятие, организация):**
Институт физики фуллеренов и новых материалов РАЕН
5. **НД на продукцию:**
6. **НД регламентирующие объем лабораторных исследований и их оценку:**
ТУ 48-15-1-87 "Концентраты платиновых металлов",
ГОСТ 12340-81 "Палладий в слитках. Технические условия",
ГОСТ 12341-81 "Платина в слитках. Технические условия"

На исследование в соответствии с Актом о проведении испытаний от 19.05 2001 г. поступили следующие образцы:

- образец исходного платинового концентрата марки КП-2 в виде мелкодисперсного порошка черного цвета ("КП-2");
- образец остатка после проведения операции извлечения благородных металлов в виде мелкодисперсного порошка серого цвета ("Остаток синтеза");
- два образца палладия, полученных в ходе испытаний, один образец палладия в виде тонких металлических чешуек ("Pd-1"), другой образец палладия в виде черного мелкодисперсного порошка ("Pd-3");
- образец платины, полученный в ходе испытаний, в виде чешуек ("Pt новая").

Кроме того, были представлены два образца металла, полученных в ходе предыдущих испытаний:

- образец палладия в виде тонких металлических чешуек ("Pd 10");
- образец платины в виде чешуек ("Pt старая").

Для всех образцов в скобках приведены обозначения, указанные на упаковках.

Элементный состав образцов исследовался методами рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), рентгенофлуоресцентного анализа (РФС), оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ОЭС-ИСП) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП). Фазовый состав образцов исследовался методом рентгеновского фазового анализа.

Исследование методом РСМА проводилось на растровом электронном микроскопе JSM-840 фирмы "Jeol" (Япония) с микрозондовым анализатором ISIS фирмы "Oxford Instruments" (Великобритания) при ускоряющем напряжении 20 кВ. Диапазон определяемых элементов от бора до урана.

Исследование методом РФС проводилось на рентгенофлуоресцентном спектрометре EDX 771 фирмы "Kevex" (США), диапазон определяемых элементов от натрия до урана, при следующих рабочих параметрах:

- материал анода родий;
- материал вторичной мишени цирконий и гадолиний;
- напряжение на трубке 30 кВ и 60 кВ;
- анодный ток 1,0 мА;
- экспозиция 300 с.

Подготовка проб для образцов платины "Pt новая" и "Pt старая" проводилась в аналитических автоклавах с реакционной емкостью из фторопласта объемом 25 мл. Бралась по три навески массой 0,1 г. В автоклавы наливали по 4 мл смеси концентрированных соляной и азотной кислот в объемном соотношении 3:1 ("царская водка") и выдерживали в течение 2 часов при температуре 210° С. Растворы переливали в мерные колбы на 50 мл и доводили до объема 50 мл 10 % раствором соляной кислоты.

Полученные растворы анализировались методами ОЭС-ИСП и МС-ИСП.

Концентрации элементов в образцах "КП-2" и "Остаток синтеза" приведены в % масс. в таблице 1. Доверительные интервалы рассчитаны для доверительной вероятности 0,95.

Таблица 1
Концентрации элементов в образцах "КП-2" и "Остаток синтеза"
(% масс.)

Эл-т	"КП-2"		"Остаток синтеза"	
	Среднее	Дов. инт.	Среднее	Дов. инт.
Fe	0,27	0,01	0,06	0,01
Ni	1,05	0,10	0,06	0,01
Cu	2,54	0,02	7,20	0,30
Se	3,81	0,10	0,22	0,03
Ru	1,01	0,05	0,08	0,01
Rh	1,67	0,06	0,18	0,02
Pd	14,8	1,0	1,06	0,36
Ag	34,0	0,2	79,9	2,7
Sn	1,80	0,12	0,12	0,01
Sb	1,21	0,04	0,08	0,01
Te	7,6	0,4	1,03	0,04
Ir	0,027	0,003	0,0021	0,0003
Pt	2,80	0,08	0,33	0,11
Au	0,53	0,05	1,46	0,53
Pb	4,30	0,43	4,59	0,33
As	4,02	0,24	0,28	0,02
S	3,58	0,19	0,22	0,02

Таблица 3

Концентрации элементов в образцах платины "Pt новая" и
"Pt старая" (% масс. $\times 10^{-4}$)

Эл-т	Pt новая		Pt старая	
	Сред.	Дов. инт.	Сред.	Дов. инт.
Mg	6	4	4	5
Al	8	6	9	9
Si	31	28	409	36
S	38	13	151	11
Fe	49	11	32	32
Ni	117	5	14914	3574
Cu	1,4	1,2	3,2	1,1
Zn	13	4	3,3	0,9
Se	12	3	10,8	5,1
Ru	0,050	0,008	0,21	0,05
Rh	0,29	0,04	0,93	0,09
Pd	25	7	1568	629
Ag	0,8	0,6	0,72	0,60
Sn	3,9	0,3	3,72	0,14
Sb	0,03	0,02	0,027	0,005
Te	0,07	0,07	0,06	0,05
Ir	1,2	0,3	249	173
Au	16,6	0,5	14,7	0,8
Pb	0,7	0,4	1,2	0,4

Сумма примесей
0,032 % масс.

Сумма примесей
1,737 % масс.

Таким образом, содержание платины в образце "Pt новая" составляет не менее 99,96 % масс., в образце "Pt старая" - не менее 98 % масс.

В результате проведения рентгеновского фазового анализа были получены следующие результаты:

- основа вещества концентрата "КП-2" находится в рентгеноаморфной форме;

- основу остатка после проведения операции извлечения (образец "Остаток синтеза") составляет металлическое серебро в кристаллической форме, в виде примесей содержатся фазы CuO , Cu_2O и Pb_3TeO_5 ;

- образцы палладия в виде тонких чешуек "Pd-1" и "Pd-10" образованы металлическим палладием в кристаллической форме;

- основу фазового состава образца палладия в виде черного мелкодисперсного порошка "Pd-3" составляет палладий и оксид палладия;

- образцы платины образованы металлической платиной в кристаллической форме.

СПРАВКА

по результатам исследования образца платины из разбитой колбы

Образец платины из разбитой колбы состоит из мелкодисперсного черного порошка и тонких металлических пластинок. Порошок и пластинки исследовались отдельно.

Подготовка проб осуществлялась в аналитических автоклавах по процедуре, описанной для образцов платины "Pt новая" и "Pt старая".

Результаты определения концентраций элементов приведены в таблице (% масс. $\times 10^{-4}$)

Эл-т	Пластинки	Порошок
Mg	<0,1	3
Al	9	10
Si	100	520
S	<0,1	36
Fe	5,4	15
Ni	8000	1100
Zn	1,9	1,5
Ag	7,6	2,3
Pd	0,21	120
Ru	0,04	<0,1
Rh	0,10	0,2
Ir	1,3	1
Au	14	15

Сумма примесей Сумма примесей
0,81 % масс. 0,18 % масс.

Таким образом, содержание платины в пластинках составляет не менее 99,1 % масс., в порошке – не менее 99,8 % масс.

Платина в виде порошка рентгеноаморфна, в виде пластинок – кристаллическая.