

## HPA - S 高温高压消解铂族金属

### Decomposition of Platinum-group Metals by HPA-S High Pressure Asher

铂族金属元素(Pt、Pd、Ir、Rh、Ru、Os)在很多重要的领域中被广泛地应用。如被用作汽车催化剂的基本组成元素,以控制车辆排气污染;在石油行业用作精炼催化剂,并且在各类材料工艺学以及珠宝行业大量被使用。

所有的铂族金属都具有相似的化学性质,熔点和沸点高,比金和银更耐腐蚀。传统的消解方法如熔融法或电解氧化法,由于其分析方法和仪器原因通常不被使用。

由于Ru、Rh、Ir不溶于无机酸或王水,传统的高压消解不能将之分解。安东帕公司设计了一种全新的方法——HPA - S 高温高压消解法,即在专门设计的内嵌管中用KClO<sub>3</sub>消解样品。

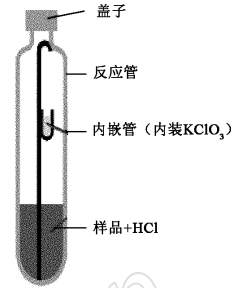


图2 消解管装置示意图

Fig.2 Schematic diagram of decomposition tube

## 1 仪器和消解管

奥地利安东帕公司生产的 HPA - S 高压消解仪(图1),仪器上除配置标准的 50 mL 样品管,还专门设计了内嵌管用于加入固体反应试剂以消解样品。HPA - S 高压消解仪的消解管装置示意图如图2所示。



图1 HPA - S 高压消解仪

Fig.1 Instrumentation for HPA-S high pressure ashing

## 2 纯铂族元素的消解

### 2.1 样品

Pt、Pd、Os 均为 100 mg 纯金属细粉;Ru、Rh、Ir 均为 50 mg 纯金属细粉,这三种元素样品质量为大约 100 mg。

### 2.2 消解试剂

#### 2.2.1 钯、铂、钌

Pd、Pt、Os 在王水或其他含有过量 HCl 的混合酸中于高温(250 °C)高压条件下是可溶的。使用 HPA - S 高温高压消解仪,这些元素在 3 h 内可以轻松地消解。Os 与王水反应容易生成挥发性 OsO<sub>4</sub>,因此在分析消解 Os 的过程中,必须使用冷却过的试剂,并且迅速密封消解管以防止挥发性元素的损失。由于在密闭的样品管中进行高压消解,Os 非常可靠地保留在反应管内,无挥发性损失。

#### 2.2.2 钌、铑、铱

Ru、Rh、Ir 在 2.2.1 节的条件下不会溶解;但是在精确控温的条件下,用 Cl<sub>2</sub> 和 HCl 作为混合消解试剂,这些难以消解的元素可以完全溶解。

Re、Os、Ir 使用的消解试剂为 12 mL HCl( suprapur 纯, φ = 30% )和 100 mg KClO<sub>3</sub>。

### 2.3 钌、铑、铱的消解过程

① 称量样品并置于消解管中。② 加入 12 mL HCl。用同样的方法处理空白溶液,制备校正溶液和验证空白水平。③ 加入适量的 KClO<sub>3</sub> 于内嵌样品管中。④ 将内嵌管放入消解管中。使用同样的方法处理空白溶液。⑤ 以缠绕方式密封消解管:用一条短(1 ~ 2 cm)的聚四氟乙烯薄膜放在消解管的开口处,顶部用石英盖盖上;再用另一条聚四氟乙烯薄膜将消解管和石英盖缠绕 3 次,将盖子固定。

⑥ 将密封的消解管放入压力腔内。⑦ 按照表 1 纯铂族元素的消解条件消解测试样品和空白样品。⑧ 用去离子水稀释样品溶液。

样品消解完全, Ru 变成清澈的深紫罗兰色溶液, Rh 和 Ir 则变成暗红色的溶液。

### 3 地质和环境材料中铂族元素的消解

在 Ru、Rh、Pd、Re、Os、Ir 和 Pt 等元素的测定中, 一种简单而选择性高的分析方法是通过对同位素稀释分析完成的, 这也同样适用于地质和环境材料的研究。

#### 3.1 样品

2 g UB-N(蛇纹形的橄榄岩)、2 g GP13(尖晶石)、0.5 g BCR723(尘埃)。

#### 3.2 消解试剂

3 mL HCl(suprapur 纯,  $\varphi = 30\%$ )、5 mL HNO<sub>3</sub>(亚沸蒸馏,  $\varphi = 65\%$ )。

#### 3.3 消解过程

消解过程如下: ① 称量样品并置于消解管中。② 加入由浓缩的<sup>99</sup>Ru、<sup>108</sup>Pd、<sup>185</sup>Re、<sup>190</sup>Os、<sup>191</sup>Ir 和 <sup>198</sup>Pt 单元素示踪剂混合而成的溶液。③ 加酸。④ 以缠绕方式密封消解管。⑤ 将密封的消解管放入压力腔内。⑥ 按照表 1 地质和环境物质中铂族元素的消解条件消解测试样品和空白样品。⑦ 附加步骤: 冷却时, 易挥发的 OsO<sub>4</sub> 直接在 ICP-MS 中气化, Os 的含量则可以通过同位素比值测量确定。除去所有未消解的物质(浸出的硅盐酸和新生成的含铁沉淀物)后, 上清液缓慢加热至完全干燥。剩下湿的残留物用 2 mL

0.1 mol/L HCl 处理, 然后置于加热板上缓慢烘干。再使用含 0.45 μm 孔径的醋酸纤维素过滤器过滤重液, 所得的最终样品备于测量。

表 1 纯铂族元素、地质和环境材料中铂族元素的消解条件  
Table 1 Decomposition conditions of pure platinum group elements and platinum group elements in geological and environmental materials

纯铂族元素				环境材料中铂族元素			
步骤	升温速率 (°C/min)	温度 /°C	保持时间 <sup>①</sup> t/min	步骤	升温速率 (°C/min)	温度 /°C	保持时间 t/min
1	30	280	360	1	30	300	240
2	Step	0	End	2	Step	0	End

① 消解时间取决于样品材料, 彻底消解所需时间为 3 ~ 12 h。

### 4 可选择的微波消解方法

安东帕微波消解仪 Multiwave 3000 不适宜长时间在高温高压下进行消解, 但是当消解少量的含有铂族金属合金时, 它是一个很好的选择。

### 5 结语

HPA-S 高压湿法消解可以实现 Ru、Rh、Ir 等难分解元素的彻底消解。在样品消解过程中, 除了使用合适的试剂, 在一段较长时间内具有很好再现性的高温条件也非常关键。由于元素的易吸附性和易挥发性, 采用最洁净的石英材质的消解管及完全密封技术, 可以最大限度地减少元素的损失。

奥地利安东帕公司供稿

## 北京市湛兴技术服务中心

北京市湛兴技术服务中心是国内一家从事 ICP 炬管、雾室、雾化器等配套装置的生产研究和技术服务的单位。中心专业设备齐全, 制作工艺规范, 关键技术由具有 50 多年玻璃真空制品制作经验的高级实验师樊天益领衔, 经过 20 多年的生产实践, 积累了丰富的炬管和雾化器制作经验, 产品以其优良的品质、合理的价格博得了国内外用户的青睐。

北京市湛兴技术服务中心得到了国家地质实验测试中心强有力的技术支持, 通过双方科研生产技术人员努力和严格的生产质量检测管理, 使其配套产品的品质达到了国内领先水平。

北京市湛兴技术服务中心生产各种 ICP 光谱、质谱仪使用的炬管、雾室、雾化器, 还可以根据客户的要求, 制作各种特殊用途的产品。主要产品:

- ☆ 复合型 标准型 - ICP 炬管
- ☆ 雾室/同心玻璃雾化器
- ☆ 标准同心玻璃雾化器

北京市湛兴技术服务中心愿以高质量的产品竭诚为广大的 ICP - AES/MS 用户提供优质的服务。

地址: 北京市西城区百万庄大街 26 号

邮编: 100037

电话: 010 - 68327412 010 - 68999504

传真: 010 - 68327412

E-mail: zhanxing-ICP@sohu.com

fanli-zx@sohu.com

网址: <http://www.bunaas.com>