

微波消解铂催化剂

1 前言

铂催化剂是一种以金属铂为主要活性组分制成的催化剂的总称，是化学、石油和化工反应过程经常采用的一种催化剂。具有催化活性高，选择性强，催化剂制作方便，使用量少，可以通过制造方法的变化和改进，与其他金属或助催化剂活性组分复配等，优化催化性能。为了对铂催化剂中的金属元素进行检测，寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理，有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对样品中金属元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(38%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

由于金属铂不溶于盐酸、硝酸，但溶于王水，生成六氯合铂酸（ H_2PtCl_6 ），因此我们首先选用王水来进行消解实验。精确称取铂催化剂样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	30	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，样品未被完全溶解。

重新称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，赶酸定容样品基本溶解，溶液中含有少量白色沉淀。

重新称取铂催化剂样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照表二的参数进行消解实验，样品可完全溶解。

3.2 取样量

实验发现样品反应会产生较高的压力，因此建议取样量应控制在 0.1g 左右。

4 结果

实验选取的铂催化剂样品，最大取样量不得超过 0.1g，采用王水+氢氟酸的混酸进行微波消解，最高温度 210°C，保温 60min 左右，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 加入氢氟酸进行消解实验，后续必须通过赶酸处理将氢氟酸除尽，防止对玻璃器皿造成腐蚀。
2. 根据样品成分不同，微波消解实验参数也会有所不同，应根据实际需要选择最合适的实验方法。