

文章编号:1000-7571(2007)12-0011-06

微波消解技术应用于难分解贵金属化合物的分析

朱利亚^{*1}, 赵忆宁², 赵 辉¹, 杨光宇³, 黄章杰³, 陈云江¹, 朱武勋¹, 刘云杰¹

(1. 昆明贵金属研究所, 云南昆明 650106; 2. 云南省标准化研究院, 云南昆明 650228;

3. 云南大学化学系, 云南昆明 650091)

摘 要:提出了微波密闭快速消解难分解的 $\text{KAu}(\text{CN})_2$, $\text{KAu}(\text{CN})_4$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$, $\text{K}_2[\text{Pt}(\text{NO}_2)_4]$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$, K_2PtCl_4 , $\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$ 等化合物的方法。比较了微波密闭消解法与传统分解法的条件;采用精密电化学滴定法分析了 Au 和 Pt 的含量,并与传统分析方法 BS5658 法(H_2SO_4 发烟重量法)、火试金法和湿法重量法进行了结果对照。结果表明:以 $\text{HCl}-\text{H}_2\text{O}_2$, $\text{HCl}-\text{HNO}_3$ 分别为 Au 和 Pt 类化合物的消解试剂,于优化的消解条件下, Au 和 Pt 的溶出率达 100%; Au, Pt 化合物对应消解时间分别为传统法的 $1/192 \sim 1/40$ 和 $1/72 \sim 1/8$, 总分析流程均大大缩短;测得 Au 和 Pt 的含量与传统方法相吻合,相对标准偏差分别为 0.01%~0.02% 和 0.05%~0.07%。

关键词:微波消解;难分解贵金属化合物;分析;金;铂

中图分类号: O652.4

文献标识码: A

金、铂类化合物在化工、医药、电子、电镀等领域中具有广泛的应用。由于其用途的逐渐拓展、价格的不断上涨及对化合物纯度要求的进一步提高,故对该类化合物中金和铂含量的准确测定提出了更高的要求。由于化合物中 $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, $\text{Au}(\text{CN})_4^-$, $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2]^{2+}$, $[\text{Pt}(\text{NO}_2)_4]^{2+}$, $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$, $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[(\text{NH}_4)_2\text{Pt}]^{4+}$, $[\text{PtCl}_4]^{2-}$, $[\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)]^{2+}$ 络离子的极强稳定性^[1],故快速、完全地分解之成为准确测定金和铂含量的关键因素。作者曾对微波消解难分解贵金属铼粉、铱粉及其矿石、合金、氰化渣和催化剂等^[2-10]进行过研究,方法已应用于实践中且结果满意。

本文在采用民用微波炉消解 $\text{KAu}(\text{CN})_2$ 化合物^[11]的基础上,采用实验室微波消解仪对 Au, Pt 化合物的消解做了系统的条件实验研究。比

较了微波密闭消解法与湿法分解法、敞开和烘箱加热分解法的条件,采用 FeSO_4 精密电位滴定法和 K_2MnO_4 精密电流滴定法分析了 $\text{KAu}(\text{CN})_2$, $\text{KAu}(\text{CN})_4$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$, $\text{K}_2[\text{Pt}(\text{NO}_2)_4]$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, K_2PtCl_4 , $\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$ 等化合物中金和铂的含量,并将精密电位和电流滴定法与 BS5658 法、湿法重量法、火试金法进行了结果对照。实验表明:当 Au(Pt)的消解条件,包括试剂、功率、温度、升温时间、恒温时间和压力分别为 $\text{HCl}-\text{H}_2\text{O}_2$ ($\text{HCl}-\text{HNO}_3$), 600 W, 200 (221~230) °C, 15 min, 0~5 (15~25) min 和约 756 (969~1 085) kPa 时, Au, Pt 的溶出率达 100%; Au, Pt 化合物对应的消解时间分别为传统法的 $1/192 \sim 1/40$ 和 $1/72 \sim 1/8$, 总分析流程均大大缩短;各种方法测得贵金属的含量吻合。提出的方法新颖、快速、实

收稿日期:2007-03-19

基金项目:云南省自然科学基金(05E024M), 国家标准化技术委员会行业标准制订基金(200608072-73), 云南昆明贵金属研究所创新基金(2002-BY-01), 云南昆明贵金属研究所研究与发展基金(06-RD03)

作者简介:朱利亚(1956-),女,研究员,主要从事贵金属微波化学和分析化学的研究与应用, Tel: 0871-8328547, E-mail: zzly200686@163.com。

用,对环境污染小。

1 实验部分

1.1 主要仪器及试剂

CEM-MS5、CEM-2000 微波消解仪(最大功率 1 200 W,美国 CEM 公司);p HS-3 C 型酸度计(中国上海雷磁仪器厂);CH-1 型恒电位仪(中国江苏电分析仪器厂);恒温磁力搅拌器(中国上海雷磁仪器厂);铂指示电极;饱和氯化钾甘汞参比电极;微波消化罐(容积 100 mL);微量滴定管(最小刻度 0.005 mL)。

CuCl 溶液:30 g/L,用体积分数为 30% HCl 配制;H₂O₂:体积分数为 30%。

所用试剂均为分析纯,计量器皿均经校准。

1.2 实验方法

1.2.1 消解 (a)分别称取 0.15 g KAu(CN)₂, KAu(CN)₄ 化合物于不同的微波消化罐中,加 15 mL HCl,5 mL H₂O₂,密闭;(b)分别称取 0.10~0.20 g Pt(NH₃)₂(NO₂)₂, K₂[Pt(NO₂)₄], Pt(NH₃)₂Cl₂, Pt(NH₃)₄Cl₂, (NH₄)₂PtCl₆, K₂PtCl₄, Pt(C₅H₇O₂)₂ 化合物于微波消化罐中,加 15 mL HCl,5 mL HNO₃,密闭。于各自所需功率、温度、时间和压力条件下进行消解。

1.2.2 Au 和 Pt 溶出率的测定 含 Au 试液转入 400 mL 烧杯中,加 4.0 mL 250 g/L NaCl 溶液,水浴蒸至湿盐状,用水转入 100 mL 容量瓶中。含 Pt 试液转入 400 mL 烧杯中,加 4.0 mL 250 g/L NaCl 溶液,低温蒸发并用 HCl 除尽氮氧化物。加 10 mL HCl,用水转入 100 mL 容量瓶中。移取约 10 mg 含 Au 试液于 100 mL 烧杯中,加 5.0 mL H₂SO₄-H₃PO₄(1+1)混合酸,加水至总体积为 40 mL,插入铂指示电极和饱和氯化钾甘汞参比电极,于 p HS-3C 型酸度计上,用 Fe-SO₄ 标准滴定溶液滴定至近终点,再用微量滴定管滴定至电位突跃最大为终点,测定 Au 的含量。

移取约 10 mg 含 Pt 试液于 100 mL 烧杯中,低温蒸至湿盐状,加 2 mL HCl,8 mL CuCl 溶液,加水至总体积为 40 mL,煮沸 2 min,加 1 mL

H₂SO₄(1+1)溶液,吹空气除尽剩余 CuCl,于 CH-1 型恒电位仪上,用 KMnO₄ 标准溶液滴定至近终点时,再用微量滴定管滴定至电流突跃最大为终点,测定 Pt 的含量。计算出各自的溶出率。

2 结果与讨论

2.1 Au, Pt 类化合物的微波消解条件

分别采用 HCl-H₂O₂(3+1), HCl-HNO₃(3+1)作为 Au, Pt 类化合物的消解试剂,在一定消解功率、温度、时间和压力条件下,对 KAu(CN)₂, KAu(CN)₄ 和 Pt(NH₃)₂(NO₂)₂, K₂[Pt(NO₂)₄], Pt(NH₃)₂Cl₂, Pt(NH₃)₄Cl₂, (NH₄)₂PtCl₆, K₂PtCl₄, Pt(C₅H₇O₂)₂ 等化合物进行消解试验。结果表明:20 mL HCl-H₂O₂(3+1)至少可消解 0.50 g 金类化合物,当消解功率 600 W、温度 200℃、升温时间 15 min、恒温时间 0~5 min 和压力约 756 kPa 时, Au 化合物消解完全;20 mL HCl-HNO₃(3+1)至少可消解 0.20 g 铂,当消解功率 600 W、温度 221~230℃、升温时间 15 min、恒温时间 15~25 min 和压力约 969~1 085 kPa 时, Pt 化合物消解完全。结果见表 1。

2.2 消解法与分解法的比较

选择具有代表性的 KAu(CN)₂, KAu(CN)₄, Pt(NH₃)₂(NO₂)₂, Pt(NH₃)₂Cl₂, (NH₄)₂PtCl₆, K₂PtCl₄ 和 Pt(C₅H₇O₂)₂ 等化合物为例,将微波密闭消解法与湿法分解法、敞开和烘箱罐加热分解法进行比较。由表 2、表 3 可知,尽管所有方法均能完全分解化合物,但其它几种方法在分解时间、分析流程、试剂用量、对环境污染程度等方面,均不如微波密闭消解法。此外,烘箱罐加热分解的 Pt 化合物溶液放置一周后,溶液黄色变浅且测得 Pt 含量偏低。

3 分析方法的应用及对照

采用本法与英国标准分析方法(BS5658-1979)、火试金法、湿法重量法进行样品分析结果对照实验。由表 4 可知,本法测定结果与其它分析方法测得结果相吻合。

表 1 Au,Pt 类化合物的微波消解条件
Table 1 Microwave digestion conditions of Au and Pt compounds

试样 Sample	样重 (g) Weight	试剂 Reagent		消解条件 Digestion condition					测得贵金属
		HCl (mL)	H ₂ O ₂ (mL)	功率 (W) Power	温度 () Temperature	压力 (kPa) Pressure	时间 Time		(w/ %) Found for precious metals
							升温 Heating-up (min)	恒温 Constant temperature (min)	
K ₂ Au(CN) ₂	0.15	15	5	600	200	~ 756	15	5	68.32
	0.25	15	5	600	200	~ 775	15	0	68.30
	0.50 *	15	5	600	200	~ 775	15	0	68.31
K ₂ Au(CN) ₄	0.15	15	5	600	200	~ 756	15	5	57.90
	0.25	15	5	600	200	~ 775	15	0	57.89
	0.50 *	15	5	600	200	~ 775	15	0	57.91
Pt (NH ₃) ₂ (NO ₂) ₂	0.10	15	5 #	600	221	~ 969	15	25	59.94
	0.15	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	59.92
	0.20	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	59.90
K ₂ [Pt (NO ₂) ₄]	0.10	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	25	42.08
	0.15	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	15	42.00
	0.20	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	15	41.91
Pt (NH ₃) ₂ Cl ₂	0.10	15	5 #	600	221	~ 969	15	25	64.96
	0.15	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	64.90
	0.19	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	64.88
Pt (NH ₃) ₄ Cl ₂	0.10	15	5 #	600	221	~ 969	15	25	54.22
	0.15	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	54.20
	0.20	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	54.18
(NH ₄) ₂ PtCl ₆	0.10	15	5 #	600	221	~ 969	15	25	42.82
	0.15	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	42.79
	0.20	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	42.74
K ₂ PtCl ₄	0.10	15	5 #	600	221	~ 969	15	25	46.78
	0.15	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	46.70
	0.19	15	5 #	600	221	~ 969	15	15	46.71
Pt (C ₅ H ₇ O ₂) ₂	0.97	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	25	48.69
	0.15	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	15	48.66
	0.20	15	5 #	600	230	~ 1 085	15	15	48.60

注：* ——不是最大允许量；# ——HNO₃(mL)。
(Note：* ——It is not the maximal quantity，# ——HNO₃(mL).)

表 2 微波密闭消解法与传统分解法对 Au 类化合物分解条件的比较
Table 2 Comparison of microwave digestion method with traditional methods for Au compounds

条件	微波密闭消解法	湿法分解法	烘箱分解法	电热板分解法
Condition	Microwave digestion	Wet decomposition	Oven decomposition	Electric hot plate decomposition
热源	磁控管	电阻丝	电阻丝	电阻丝
Heat reservoir	Magnetron	Resistance wire	Resistance wire	Resistance wire
试样重 (g)	0. 15 ~ 0. 50	~ 3. 0	0. 15 ~ 0. 50	~ 0. 15
Weight				
试剂	HCl - H ₂ O ₂ (3 + 1)	H ₂ SO ₄	HCl - H ₂ O ₂ (3 + 1)	HCl , H ₂ O ₂ (= 30 %)
Reagent				
试剂量 (mL)	20	20	6 ~ 20	220 , 15
Reagent volume				
消 (分) 解时间 (h)	0. 25	1. 0	48	10
Digestion (Decomposition) time				
消 (分) 解方法	密闭式	敞开式	相对密闭式	敞开式
Digestion (Decomposition) method	Closed mode	Open mode	Relatively closed mode	Open mode
环境影响	无 HCN 气体逸出	H ₂ SO ₄ 烟逸出	HCN 气体逸出	HCN 气体逸出
Effect of environment	Without HCN escaped	Thick H ₂ SO ₄ smoke escaped	HCN escaped	HCN escaped
试液处理时间 (h)	1. 0	15	1. 0	1. 0
Solution pretreatment time				
平均测得 Au (w / %)	(1) 68. 31 (68. 30) *	68. 30	68. 29 (68. 28) *	68. 28 (68. 26) *
Average found for Au	(2) 57. 93 (57. 92) *	57. 90	57. 89 (57. 88) *	57. 87 (57. 86) *
Au 分析方法	精密电位滴定法	重量法	精密电位滴定法	精密电位滴定法
Analysis method of Au	Micro potentiometric titration	Gravimetry	Micro potentiometric titration	Micro potentiometric titration

注 : (1) KAu(CN)₂ ; (2) KAu(CN)₄. * 溶液放置 24 h 后测得值。
(Note : (1) KAu(CN)₂ ; (2) KAu(CN)₄. *Determination results of solution after twenty-four hours)

表 3 微波密闭消解法与传统分解法对 Pt 类化合物分解条件的比较
Table 3 Comparison of microwave digestion method with traditional methods for Pt compounds

条件	微波密闭消解法	湿法分解法	烘箱分解法
Condition	Microwave digestion	Wet decomposition	Oven decomposition
热源	磁控管	电阻丝	电阻丝
Heat reservoir	Magnetron	Resistance wire	Resistance wire
试样重 (g)	0. 10 ~ 0. 20	0. 5 ~ 1. 0	0. 15
Weight			
试剂	HCl - HNO ₃ (3 + 1)	H ₂ NNH ₂ · H ₂ O	HCl - HNO ₃ (3 + 1)
Reagent			
试剂量 (mL)	20	~ 3	20
Reagent volume			
消 (分) 解时间 (h)	~ 0. 5	~ 4	36
Digestion (Decomposition) time			
消 (分) 解方法	密闭式	敞开式	相对密闭式
Digestion (Decomposition) method	Closed mode	Open mode	Relatively closed mode
环境影响	无酸气体逸出	有酸气体逸出	有酸气体逸出
Effect of environment	No acerbity escaped	Acerbity escaped	Acerbity escaped
总分析时间 (h)	~ 7. 0	~ 12	~ 43
Total analytical time			
平均测得 Pt (w / %)	(1) 59. 94 (59. 91) *	59. 91	59. 88 (56. 60) *
Average found for Pt			

(续表 3)

条件 Condition	微波密闭消解法 Microwave digestion	湿法分解法 Wet decomposition	烘箱分解法 Oven decomposition
	(2) 64. 96(64. 90) *	64. 99	64. 88(61. 13) *
	(3) 42. 80(42. 78) *	42. 76	42. 71(40. 77) *
	(4) 46. 76(46. 72) *	46. 73	46. 69(46. 40) *
	(5) 48. 67(48. 66) *	48. 66	48. 60(48. 44) *
Pt 分析方法 Analysis method for Pt	精密电流滴定法 Micro electricity titration	重量法 Gravimetry	精密电流滴定法 Micro electricity titration

注: (1) $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$; (2) $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$; (3) $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$; (4) K_2PtCl_4 ; (5) $\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$. *溶液放置 1 周后测得值。
(Note: (1) $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$; (2) $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$; (3) $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$; (4) K_2PtCl_4 ; (5) $\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$. *Determination results of solution after one week.)

表 4 样品分析结果及方法对照

Table 4 Analytical results of Au, Pt in samples and comparison with other methods n = 6

样品 Sample	平均测得贵金属 (w/ %) Average found				相对标准偏差 (%) Relative standard deviation			
	A	B	C	D	A	B	C	D
KAu(CN) ₂	68. 31	68. 30	68. 28		0. 01	0. 03	0. 02	
KAu(CN) ₄	57. 93	57. 90	57. 89	-	0. 02	0. 05	0. 07	
Pt(NH ₃) ₂ (NO ₂) ₂	59. 94			59. 91	0. 05			0. 08
K ₂ [Pt(NO ₂) ₄]	42. 00			41. 97	0. 05			0. 11
Pt(NH ₃) ₂ Cl ₂	64. 96			64. 99	0. 07			0. 08
Pt(NH ₃) ₄ Cl ₂	54. 22			54. 23	0. 06			0. 09
(NH ₄) ₂ PtCl ₆	42. 82			42. 79	0. 07			0. 09
K ₂ PtCl ₄	46. 78			46. 70	0. 07			0. 09
Pt(C ₅ H ₇ O ₂) ₂	48. 65			48. 69	0. 07			0. 10

A. 本法; B. BS5658 法^[12]; C. 火试金法^[13]; D. 湿法重量法 ($\text{H}_2\text{NNH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 还原)^[14]。
(A. Proposed method; B. BS5658 method; C. Fire assaying^[13]; D. Wet gravimetry (Reduction with $\text{H}_2\text{NNH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)^[14]).

参考文献:

[1] 董守安, 方卫, 朱利亚, 等. 现代贵金属分析 (Modern Precious Metals Analysis) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.

[2] 朱利亚, 胡秋芬, 刘云, 等. 微波消解技术在分析难处理贵金属及其物质中 RhIrPtPd 的研究与应用[J]. 冶金分析 (Metallurgical Analysis), 2005, 25(5): 11 - 14.

[3] Ma Yinhai, Peng Yongfang, Zhu Liya, et al. Solid phase extraction and spectrophotometric determination of gold with 5-(2-hydroxy-4-nitrophenylazo)-rhodanine as chromogenic reagent[J]. S. Afr. J. Chem., 2005, 58: 116 - 119.

[4] 朱利亚, 刘云, 胡秋芬, 等. 微波消解技术在难处理贵金属合金 PtPdRhIr 分析中的研究与应用[J]. 分析试验室 (Chinese Journal of Analysis Laboratory), 2005, 24(9): 63 - 66.

[5] 朱利亚, 赵泽松, 陶赛祥, 等. 难溶金锆系列合金的微波消解及锆的滴定测定[J]. 贵金属 (Precious Metals in Chinese), 2006, 27(3): 37 - 42.

[6] 朱利亚, 胡秋芬, 杨项军, 等. 微波消解和固相萃取光度法测定氰化渣中痕量钯[J]. 化学通报 (Chinese Journal of Chemical Aviso), 2005, 68(2): 154 - 157.

[7] 阮琼, 李壁玉, 朱利亚, 等. 新试剂 NSPAR 固相萃取光度法测定氰化渣中铂的研究[J]. 分析试验室 (Chinese Journal of Analysis Laboratory), 2005, 24(7): 25 - 27.

[8] 司云森, 胡秋芬, 朱利亚, 等. 高效液相色谱法测定汽车尾气催化剂中铂、钯和铑的研究[J]. 理化检验: 化学分册 (Physical Testing and Chemical Analysis: Part B Chemical Analysis), 2005, 41(3): 162 - 164.

[9] Lin Haitao, Zhu Liya, Hu Qiufen, et al. Determination of palladium, platinum and rhodium by HPLC with online column enrichment using 4-carboxylphenyl-thiorhodanine as a precolumn derivatization reagent[J]. Journal of Analytical Chemistry, 2007, 62(1): 58 - 62.

[10] Lin Haitao, Zhu Liya, Huang Zhangjie, et al. Studies on the solid phase extraction and spectrophotometric determination of palladium with 2-(2-quinolyazo)-5-dimethylaminoaniline as chromogenic reagent[J]. Asian Journal of Chemistry, 2007, 19(2): 836 - 842.

[11] 朱利亚, 杨光宇, 胡秋芬, 等. 微波密闭消解难处理 KAu(CN)₂ 化合物及其 Au 的精密电位滴定法测定[J]. 分析测试学报 (Journal of Instrumental Analysis)

sis), 2004, 23(6): 5 - 8.
[12] BS5658:1979 Gold potassium cyanide for electro-
plating [S].

[13] GB/ T11066. 1 - 1989 金化学分析方法 火试金法
测定金量[S].

[14] YS/ T596 - 2006 二亚硝基二氮测定铂[S].

Application of microwave digestion technique to analysis of indissoluble precious metal compounds

ZHU Li-ya^{*1}, ZHAO Yi-ning², ZHAO Hui¹, YANG Guang-yu³, HUANG Zhang-jie³,
CHEN Yun-jiang¹, ZHU Wu-xun¹, LIU Yun-jie¹

(1. Kunming Institute of Precious Metals, Kunming, Yunnan 650106, China;

2. Kunming Institute of Standardization, Kunming, Yunnan 650228, China;

3. Department of Chemistry, Yunnan University, Yunnan 650031, China)

Abstract : A novel microwave closed digestion method for the decomposition of refractory compounds of $\text{KAu}(\text{CN})_2$, $\text{KAu}(\text{CN})_4$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$, $\text{K}_2[\text{Pt}(\text{NO}_2)_4]$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$, K_2PtCl_4 and $\text{Pt}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$ was developed. The dissolved conditions of the proposed method were compared with those of traditional methods. The contents of gold and platinum were determined using precise electrochemistry titration, and the analytical results were also compared with traditional analysis method BS5658 (Gravimetry with H_2SO_4 smoking), fire assaying method and wet gravimetry. Results showed that the dissolution rates of gold and platinum achieved 100 % with $\text{HCl} - \text{H}_2\text{O}_2$, $\text{HCl} - \text{HNO}_3$ as digestion reagents of gold and platinum compounds under the optimized digestion conditions, respectively. Digestion time of the compounds as above was 1/192 - 1/40 and 1/72 - 1/8 of the traditional methods, respectively. The total analytical processes were greatly shortened and the determination results of gold and platinum were consistent with those of traditional methods, giving relative standard deviation of 0.01 % - 0.02 % and 0.05 % - 0.07 %.

Key words : microwave digestion; refractory precious metal compounds; analysis; gold; platinum