

## 微波消解岩石

### 一、前言

岩石是天然产出的具稳定外型的矿物或玻璃集合体，按照一定的方式结合而成。是构成地壳和上地幔的物质基础。岩石种类繁多、构成复杂、应用广泛，为探究不同岩石中的多种成分含量，我们选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

新仪 TANK40 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



#### 2.2、试剂

硝酸(68%)、盐酸(37%)、硫酸(98%)、磷酸(85%)、氢氟酸(40%)、氟硼酸(40%)、过氧化氢(30%)

### 三、实验方法

#### 3.1、石英类样品

称取样品约 0.2g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硝酸和 8mL 氢氟酸，静置 15min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	30

#### 3.2、铬矿石样品

称取样品约 0.1g（精确至 0.1mg），加入 4mL 硫酸、4mL 磷酸和 1mL 氢氟酸，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	5
4	220	40

### 3.3、铁矿石样品

称取样品约 0.2g（精确至 0.1mg），加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 15min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	30

### 3.4、岩石样品（铂族金属）

称取样品约 0.1g（精确至 0.1mg），加入 8mL 盐酸、2mL 过氧化氢和 2mL 氢氟酸，静置 30min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	60

### 3.5、岩石样品（钙镁铝元素）

在微波消解岩石类样品时，为了溶解样品中的硅酸盐，会加入大量氢氟酸，但钙镁铝元素会与氢氟酸络合生成氟化物沉淀，影响检测结果，在消解这类样品时通常会选择采用氟硼酸代替氢氟酸。

称取样品约 0.2g（精确至 0.1mg），加入 6mL 硝酸、2mL 过氧化氢和 2mL 氟硼酸，静置 15min，组装

消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	30

### 3.6、岩石样品（汞砷元素）

称取样品约 0.2g（精确至 0.1mg），加入 7mL 盐酸和 1mL 过氧化氢，静置 20min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	170	2
3	190	20

### 3.7、赶酸定容

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150°C（检测汞砷元素，赶酸温度不超过 120°C）赶酸后，消解液转移至容量瓶中，用纯水清洗消解罐 2~3 次，洗涤液一并转移至容量瓶中，定容，待测。

## 四、结果与讨论

由于岩石的组成成分不同、检测元素的种类不同，会选择不同的消解方案。TANK40 微波消解仪，具有试剂用量小、空白低、速度快、通量高等优点，满足不同岩石样品的消解要求，可根据实际情况选择最合适的试剂搭配，以及最佳的微波消解仪参数。

## 五、注意事项

- 1、添加氢氟酸的实验，必须进行赶酸处理，防止对玻璃器皿造成腐蚀，影响检测结果。
- 2、硫酸与磷酸沸点较高，无法通过赶酸去除，应谨慎添加。
- 3、王水挥发性和腐蚀性较强，实验室应做好通风，同时实验人员需做好防护。
- 4、岩石样品成分复杂，部分样品无法完全溶解，可将待测元素溶出，过滤残渣后再上机检测。

## 六、参考文献

- 1、GB/T14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定
- 2、SN/T 4658 萤石中汞、砷含量的同时测定 微波消解-原子荧光光谱法
- 3、SN/T 0831 进出口铬矿中铁、铝、硅、镁、钙的测定 微波溶样 ICP-AES 法
- 4、邱会东, 甘小英, 邹志斌. 微波消解-原子吸收光谱法测定矿石中的铁[J]. 中国无机分析化学. 2011, 1(4):41~46
- 5、刘顺琼, 吕泽娥, 陈永欣, 等. 微波消解-等离子体发射光谱法测定锰矿石中硅铝铁磷[J]. 岩矿测试. 2007, 26(3)
- 6、胡德新, 马德起, 潘宏伟, 等. 电位滴定法测定铬矿石中三氧化二铬的微波溶样法研究[J]. 冶金分析. 2011, 31(2): 63~66