

微波消解泥岩

1 前言

泥岩是指弱固结的黏土经过中等程度的后生作用（如挤压作用、脱水作用、重结晶作用和胶结作用）形成强固结的岩石。矿物成分复杂，主要由粘土矿物组成，其次为碎屑矿物、后生矿物以及铁锰质和有机质，质地松软，固结程度较页岩弱，重结晶不明显，常见类型有：钙质泥岩、铁质泥岩、硅质泥岩。常与铁质岩、硅质岩、锰质岩相伴生。泥岩具吸水、粘结、耐火等性能，可用于制砖瓦、制陶等工业。为了对其成分进行分析，采用微波消解的方法进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANKPLUS 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(38%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

矿石类样品在实验前要尽量粉碎，颗粒度越小，接触面积越大，越有利于消解实验的进行。

3.2 微波消解样品

矿石类样品主要成分是无机盐类以及氧化物，需要使用盐酸来进行实验。这一类样品通常会含有硅元素，消解实验还需要加入一定的氢氟酸。而硝酸是重金属消解最常用的酸，硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便，我们使用王水+氢氟酸的混酸体系来进行实验。

取样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 6mL 盐酸、2mL 硝酸和 2m 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	2.5	2
3	210	5	3	20

实验结束，待冷却至室温后取出消解罐，转移至通风橱中打开，消解液底部存在黑色颗粒。

通过分析王水氢氟酸体系无法将泥岩样品消解，样品中含有一定量的碳，需要加入更多的氧化剂来将其氧化为二氧化碳。改变盐酸与硝酸的比例，采用逆王水氢氟酸的体系来进行消解实验，并适当延长实验时间。

取样 0.1g（精确至 0.1mg），加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	2.5	2
3	210	5	3	40

实验结束，冷却后取出，转移至通风橱中打开消解罐，赶酸定容后，消解液澄清透明。

3.3 取样量

泥岩样品主要成分是无机盐类，也含有一定量的碳，实验时会生成大量二氧化碳，压力较高，取样量应控制在 0.15g 左右。

4 结果与讨论

矿石类样品因成分相对稳定，且成分复杂，需要多种试剂组成混酸体系进行消解。本次实验所用的泥岩样品，含有一定量的碳，取样 0.1g，采用逆王水+氢氟酸的方法来进行消解实验，最高温度 210℃。

注意事项

泥岩的种类较多，不同类型的样品组分差异较大，要根据样品的具体属性，适当调整酸体系，寻找最佳方案。如样品中含有较多的钙镁元素，会与氢氟酸形成氟化物沉淀，可以选择氟硼酸进行替换。