

微波消解仪消解孔雀石

方案编号：HM-WB-004

适用仪器：HM 系列微波消解仪

发布日期：2026 年 05 月 13 日

1. 前言

孔雀石（Malachite，主要成分为 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ ）是一种常见的铜碳酸盐矿物，常作为铜矿石或宝石原料。其成分分析（尤其是铜、铁、铅、锌、砷等元素的含量测定）对矿石评价、冶炼工艺控制及环境评估具有重要意义。孔雀石易溶于酸，但在含有大量硅酸盐杂质或高结晶度结构时，传统酸溶法难以完全分解。微波消解技术可在密闭体系内利用高温高压条件，配合混合酸体系快速、安全地分解孔雀石样品，具有试剂用量少、样品分解彻底、元素损失小的优点。

本方案旨在提供一种高效、标准的孔雀石微波消解前处理方法，为后续仪器准确测定其主量及微量元素含量奠定基础。

2. 仪器与试剂

2.1 仪器

HM 系列微波消解仪，分析天平（精度 0.1 mg），超纯水系统（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ），石墨赶酸仪，容量瓶（25 mL），移液器，研钵

2.2 试剂

硝酸（ HNO_3 ，优级纯）

盐酸（ HCl ，优级纯）

氢氟酸（ HF ，40%，优级纯，剧毒，严格管理）

过氧化氢（ H_2O_2 ，30%，优级纯）

实验用水：符合 GB/T 6682 规定的一级水

3. 实验方法

3.1 试样制备

取代表性孔雀石样品，破碎、研磨至粒度小于 $75 \mu\text{m}$ ，混合均匀。

3.2 微波消解

称样：准确称取制备好的孔雀石试样 0.1 g（精确至 0.0001 g），置于洗净的微波消解罐中。

加酸（在通风橱内操作，佩戴 HF 专用防护装备）：

加入 6 mL 硝酸

加入 2 mL 盐酸

加入 0.5 mL 氢氟酸（若已知或预实验表明样品中硅酸盐杂质含量较低，可尝试不使用氢氟酸，或减少其用量。）

若样品含有机物或还原性组分,可补加 1 mL 过氧化氢 (30%)

预处理: 将加好酸的消解罐敞开口,静置 10 min 后于 120°C 的赶酸仪上预处理 25 分钟,待气泡基本停止后,冷却至室温。



图 2 孔雀石消解后状态

消解程序设置: 旋紧密封盖,放入微波消解仪。参考程序如下:

升温阶段	目标温度(°C)	保持时间(min)
1	160	10
2	190	10
3	220	30

3.3 冷却与赶酸

消解结束后,待罐内温度自然冷却至 60°C 以下,缓慢泄压后开盖。将消解罐置于赶酸仪上,敞口加热: 常规元素 (Cu、Fe、Pb、Zn 等): 140°C 赶酸至溶液剩余 1~2 mL; 挥发性元素 (As、Hg 等): 建议赶酸温度 $\leq 120^\circ\text{C}$, 避免元素损失。冷却至室温。

3.4 定容

冷却后用少量 2% 稀硝酸冲洗消解罐内壁,将溶液全部转移至 25 mL 容量瓶中。用稀硝酸少量多次洗涤消解罐,洗涤液并入容量瓶,最后用 2% 稀硝酸定容至刻度,摇匀待测。同法制备试剂空白。

4. 方案特点与关键点

4.1 方法优势

分解彻底: 硝酸-盐酸-氢氟酸体系可有效分解孔雀石的碳酸盐结构及伴生的硅酸盐杂质。

元素保全: 密闭消解防止砷、铅等挥发性元素损失。

操作高效: 微波消解显著缩短前处理时间,提高检测通量。

4.2 关键操作要点与安全警告

氢氟酸安全: HF 具有强腐蚀性和剧毒性,必须在专用通风橱内操作,佩戴氟化氢专用防

化手套、护目镜和面罩，备用葡萄糖酸钙凝胶。

赶酸控制：避免样品蒸干，防止铜等元素形成难溶氧化物。

消解完全性判断：消解后溶液应为黄绿色或蓝绿色。若溶液浑浊或残渣较多，可能为硅酸盐未完全分解，应重新考虑 HF 用量或延长消解时间。

5. 结论

称样 0.1 g，采用硝酸-盐酸-氢氟酸混合酸体系，按本方案微波消解后，可获得澄清透明无沉淀、颜色均匀的试液。

6. 参考文献

- [1] GB/T 14353.1-2010 《铜矿石、铅矿石、锌矿石化学分析方法》[S].
- [2] GB/T 6682-2008 《分析实验室用水规格和实验方法》[S].