

## 微波消解古钱币

### 1 前言

青铜器是铜与其他金属元素锡、铅等的合金，其铜锈呈青绿色。青铜器的使用流行于新石器时代晚期至秦汉时期，以商周时期的器物最为精美。青铜器在世界各地均有出现，是一种世界性文明的象征。为了检测青铜器中多种金属的含量，我们采用微波消解的方法对样品进行处理，可大件的青铜器在样品制备时存在一定困难，不能像其他样品一样粉碎、均匀称取，这样会破坏文物。可取青铜器上掉落细小颗粒进行检测，每一个颗粒的质量会存在一定差别。为了验证不同质量的样品颗粒能否同时进行消解实验，我们选取成分相当的一枚古钱币进行实验。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，分析天平(十万分之一)等。



## 2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)

## 3 实验方法

### 3.1 样品制备

将古钱币进行粉碎处理，颗粒质量在 0.03~0.15g。



处理前



处理后

### 3.2 微波消解样品

#### 3.2.1 消解用酸

盐酸对于金属及金属氧化物有很好的溶解能力，我们选取盐酸含量较高的王水体系对样品进行消解。



加酸之初



静置 30min 后

#### 3.2.2 取样量

参照之前的实验记录，青铜器样品消解时的样品颗粒质量最大不超过 0.15g，因此本实验

中，将样品的最大取样量设定在 0.15g。

### 3.2.3 不同质量样品压力测试

将古钱币样品剪碎（质量大小不一），取质量为 0.15521g 的样品进行实验，加入 6mL 的盐酸和 2mL 硝酸，室温静置 30min 后，组装消解罐，按照如下（表一）设置参数进行消解：

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	200	20	300

实验压力 2.0MPa 左右，可消解完全。

称取质量为 0.02806g 的样品，加入 6mL 的盐酸和 2mL 硝酸，室温静置 30min 后，组装消解罐，按照表一的参数进行消解实验，实验压力 1.8MPa 左右，可消解完全。



0.15521g 消解液



0.02806g 消解液

### 3.2.4 多个样品混合实验

再称取四组古钱币样品，质量分别为 0.15407g、0.10028g、0.06990g 和 0.03376g，加入 6mL 的盐酸和 2mL 硝酸，室温静置 30min 后，组装消解罐（质量最大的作为主控罐），按照如下（表二）设置参数进行消解：

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	5	600

3 200 20 600

待实验结束后，冷却至室温后取出消解罐，四组样品均完全溶解。

#### 4 结果与讨论

0.03~0.15g 的古钱币颗粒可以同时进行消解实验，对于组成成分相同的青铜器上掉落的残渣，在此质量范围内也可同时进行实验。

#### 注意事项

- 1) 王水挥发性较强，实验加酸过程及消解完成后打开消解罐均在通风橱中进行。
- 2) 金属样品与酸混合会生成大量氢气，在添加试剂后需静置 30min 以上。
- 3) 不同质量的样品进行实验时，选取质量最大的作为主控罐。