

【试验研究】

ICP测定水泥样品中各组分的研究

韩晓军

(中国建筑材料工业地质勘查中心青海总队, 青海 西宁 810008)

【摘要】本文采用ICP-AES电感耦合等离子体发射光谱仪,对水泥样品所含多种元素含量进行测定,取得了满意的结果。结果表明ICP分析法具有干扰小、精密度好、线性分析范围宽和可多元素同时测定等优点,可以适用于水泥组分的分析。

【关键词】ICP-AES法;水泥;组分分析;元素分析

【中图分类号】P574.2;TQ172.18

【文献标识码】A

【文章编号】1007-9386(2013)03-0030-02

Study on the ICP Determination of Each Component in Cement Samples

HAN Xiao-Jun

(Qinghai Branch of China Construction Materials and Geological Prospecting Center, Xining 810008, China)

Abstract: Using ICP-AES inductively coupled plasma emission spectrometer to determine the component of cement samples, and with a satisfactory result. The proximate analysis is finished with ICP method and the method has small interference, good precision, wide range of linear analysis and can be multi-element simultaneous determination. It also can be applied to determine the cement samples.

Key words: ICP-AES method; cement; proximate analysis; elemental analysis

水泥的主要化学成分是 SiO_2 、 CaO 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 ,生产的水泥对镁、钾、钠含量有一定的要求。在实际工作中,水泥中各组分的测定通常有容量法、分光光度法、原子吸收法等,但这些方法分析周期长、成本高、准确度差。笔者通过选取4个水泥国家标准样品各组分进行了ICP法测定,认为ICP法分析具有干扰小、精密度好、线性分析范围宽和可多元素同时测定等优点,在土壤、岩石、生物及环境样品分析中被广泛应用。本文采用ICP电感耦合等离子体发射光谱仪,对水泥样品中多种元素含量进行测定,取得了满意的结果。

1 实验材料与方法

1.1 材料与设备

溶液采用国家标准溶液。 Fe 、 Al 、 K 、 Na 、 Ti 等标准储备液为 1mg/mL 。消化用试剂均为优级纯,实验用水为高纯水。实验仪器采用美析仪器ICP-6800电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 样品处理及仪器工作参数

称取灰岩样品 0.1000g 于聚四氟乙烯烧杯中,加少量水润湿容器,加入 5mL 盐酸和 2mL 硝酸,置于控温电热板上,于 110°C 加热 1h ,加入 15mL 氢氟酸, 1mL 高氯酸,于 110°C 加热 2h ,升温至 130°C 高温加热 2h ,升温至 $160\sim 180^\circ\text{C}$ 赶尽高氯酸,取下冷却,

加入 5mL 硝酸和水少许,再加热至完全溶解后,冷却,过滤于 100mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀待测。

按同样条件配制试剂空白。在相同实验条件下,处理加标溶液,以备测定回收率用。

电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数:入射功率 1.2kW ;频率 27.12MHz ;积分时间 20s ;Ar冷却气流量 14L/min ;Ar辅助气流量 0.5L/min ;雾化气流量 0.8L/min ;试液提升量 2mL/min ;观察高度 14mm 。

2 实验结果与分析

2.1 测试结果

仪器提供的每种元素的分析谱线有几十条,采用不同的谱线,所测定的结果相差甚远,因为谱线间存在很大的干扰,不仅同一元素的不同谱线间存在干扰,而且不同元素的谱线间也存在严重的干扰。不同谱线的强度也不同。

本文通过对谱图形状的观察(分析有无谱线干扰)、谱线强度数据对比、背景强度数据比较之后,再考察各个谱线的信噪比值情况加以综合考虑,选择最佳波长。元素的分析谱线分别为: $\text{Fe}259.94\text{nm}$ 、 $\text{Al}396.152\text{nm}$ 、 $\text{K}766.491\text{nm}$ 、 $\text{Na}589.592\text{nm}$ 、 $\text{Ti}344.941\text{nm}$ 。优化后的实验条件下,对4个样品水泥分别进行分析,所得结果如表1所示。

表1 标准样品测定结果(%)

标样	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
GSB08-1356-2008	3.65	7.12	0.71	0.19	0.35
GBW03206	3.56	6.55	1.44	0.87	0.17
GBW03207	2.40	6.28	0.57	0.16	0.44
GBW03208	4.85	8.98	0.62	0.34	0.35

2.2 回收实验

随机抽取3个灰岩样品,对其中的任一样品称取2份。1份定量加入标准溶液,另1份不加标准溶液,在相同的条件下处理,然后测定各元素的含量,并计算其回收率(见表2)。研究发现,所选择各元素的谱线可以作分析线,可以避免元素间的光谱干扰。

表2 加入标准溶液的回收率

指标	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	
GBW03206	加入量(μg/mL)	5.0	5.0	10.0	10.0	10.0
	回收率(%)	98.7	97.5	98.6	102.5	99.5
GBW03207	加入量(μg/mL)	5.0	5.0	10.0	10.0	10.0
	回收率(%)	98.5	97.3	98.8	102.9	99.6
GBW03208	加入量(μg/mL)	5.0	5.0	10.0	10.0	10.0
	回收率(%)	98.3	97.6	98.8	103.4	99.2

物理、化学、离子和光谱等干扰的消除：由于等离子体的高温,水泥的ICP分析中,化学干扰较少。水泥中钾、钠较易电离,但钾、钠含量很低,离子干扰不太严重。因表面张力、粘度、密度和盐分等造成雾化器提升效率的差异而引起的物理干扰,可以利用基体匹配来消除。至于光谱干扰,通过改变波长选择、对样品浓度做适当的稀释来消除。

背景的扣除：由于杂散光、谱带展宽、低强度的分子连续发射等产生的背景,考虑较高浓度元素对测定的影响,通过选择最合适的测定波长、优化仪器参数来寻求方法的最优化设置。利用计算机软件,选择Fitted背景校正,仪器会自动进行背景扣除。

2.3 检出限和精密度

采用空白溶液和3个混合标准溶液绘制校准曲

线,连续测定11份加入基体的空白溶液,以3倍标准偏差计算方法检出限,结果见表3。对于同一水泥标准样品连续测定7次,计算相对偏差,分析其精密度,结果见表4。

表3 水泥中各元素检出限

元素	分析线, (nm)	背景校正	检出限(μg/mL)
Fe	259.940	N	0.002 3
Al	396.152	N	0.003 4
K	766.491	N	0.007 8
Na	589.592	N	0.003 8
Ti	344.941	N	0.001 6

注：L=左侧；R=右侧；N=不扣

表4 水泥中各元素测定的精密度

分析成分	精密度(%)
Fe ₂ O ₃	0.56
Al ₂ O ₃	0.43
K ₂ O	0.95
Na ₂ O	1.25
TiO ₂	0.53

3 结论

根据实验测定的精密度结果值,表明本ICP法测定水泥中各组分含量的灵敏度高,精密度与准确度良好,可以适用于水泥组分分析。

【参考文献】

- [1]中国石油和化学工业协会.GB/T 23942-2009化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [2]岩石矿物分析.岩石矿物分析[M].北京:地质出版社,1991.
- [3]叶家瑜,江宝林.区域地球化学勘查样品分析方法[M].北京:地质出版社,2004.
- [4]龚迎莉,汪双清,沈斌.电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定沉积岩中15个元素[J].岩矿测试,2007(3):230-232.
- [5]屈文俊,杜安道.高温密闭溶样电感耦合等离子体质谱准确测定辉钼矿铼—锝地质年龄[J].岩矿测试,2003(4):254-257,262.
- [6]周桂海.微波溶样-ICP法测定硅质耐材中氧化铁、氧化铝量[J].梅山科技,2005(3):22-23.

【收稿日期】2012-12-27

(上接第15页)

【参考文献】

- [1]安徽省国土资源厅.安徽省2011年度矿产资源储量表[R].合肥:安徽省国土资源厅,2012.
- [2]魏而宏.我国硫铁矿制酸现状、存在问题及建议[J].硫酸工业,2002(6):1-4.
- [3]王海军,徐鹏.我国硫资源利用现状及发展战略[J].中国非金属矿工业导刊,2007(2):12-13,28.
- [4]许斌,庄剑鸣,刘国庆,等.硫酸烧渣利用途径的研究[J].矿产综合利用,1999(4):44-48.
- [5]苏莉,马建军,石荣铭.硫铁矿烧渣中铁资源的开发[J].西南科技大学学报,2003,18(4):59-62.

- [6]郑雅杰,龚竹青,陈白珍,等.硫铁矿烧渣湿法制备铁系产品的原理和途径分析[J].环境污染治理技术与设备,2001,2(1):48-54.
- [7]李振飞,文书明,周兴龙,等.我国硫铁矿加工业现状及硫铁矿烧渣利用综述[J].国外金属矿选矿,2006(6):10-12.
- [8]安徽省国土资源厅.安徽省矿产资源年报(2000~2011年度)[R].合肥:安徽省国土资源厅,2012.
- [9]任海兵.对我国硫铁矿资源开发及利用的思考[J].中国矿业,2010,19(3):36-39.
- [10]刘春,李建设,赵丽丽,等.安徽省矿产资源开发利用的宏观布局与规划专题研究[R].合肥:安徽省公益性地质调查管理中心,2012.

【收稿日期】2013-02-06