

解决方案|ICP 法测定水泥中的铁、镁、钛、铝、钙、钠含量

水泥是一种粉状的水硬性无机胶凝材料，一般不单独使用，常用来与沙、砾接合，形成砂浆或混凝土。它加水搅拌后成浆体，能在空气中硬化或者在水中硬化，并能把砂、石等材料牢固地胶结在一起。水泥硬化后具有很高的硬度，能承受很大的荷载，所以广泛应用于建筑物的地基、墙体、柱子、梁等结构的建造。在应用中不同元素的含量对水泥的品质产生很大的影响，因此建立水泥各种微量元素的分析方法是很有必要的。



水泥中微量元素分析主要采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)法和电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。本文根据国家标准 GBT176-2017 中电感耦合等离子体原子发射光谱测定的方法，经过检测条件的优化，建立了电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)法测定水泥中铁、镁、钛、铝、钙、钠含量的方法，可供相关人员参考。



ICP-7700 型电感耦合等离子体发射光谱仪

实验部分

仪器设备与试剂

ICP-7700 型电感耦合等离子体发射光谱仪；

氢氟酸；

盐酸；

水泥样品。

仪器条件

仪器条件

元素	波长 (nm)	RF 功率 (w)	载气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT 电压 (V)
Fe	238.204(1)	1100	0.80	13.7	700
Mg	285.213(1)	1100	0.80	13.7	600
Ti	334.941(1)	1100	0.80	13.7	600
Al	394.401(1)	1100	0.80	13.7	800
Ca	422.673(1)	1100	0.80	13.7	600
Na	588.995(1)	1100	0.80	13.7	700

样品前处理

称取约 0.1g 样品（精确至 0.0001g），放入铂皿（或聚四氟乙烯烧杯）中。用少量水湿润，加入 0.5mL 高氯酸，摇动使试料分散，加氢氟酸 15mL，于通风橱内的电热板上加热，以防溅失。蒸发至冒高氯酸白烟，冷却，加入 5mL 氢氟酸，继续加热至高氯酸白烟冒尽，冷却。加入 4mL 盐酸，加热 5min，加入 20mL 超纯水，继续加热 20min，冷却，用超纯水定量转移至 100mL 塑料容量瓶中。定容摇匀，过滤，待测。

实验结果

标准曲线

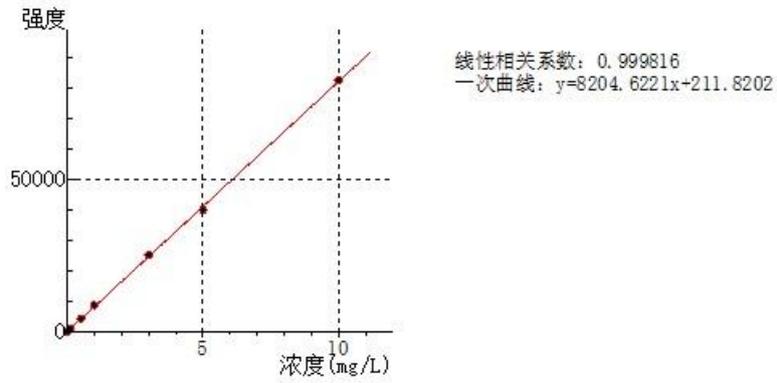
按下表配制各元素的系列标准溶液，待仪器工作稳定后，依次进样，根据浓度和吸光度，绘制标准曲线。

单位：mg/L

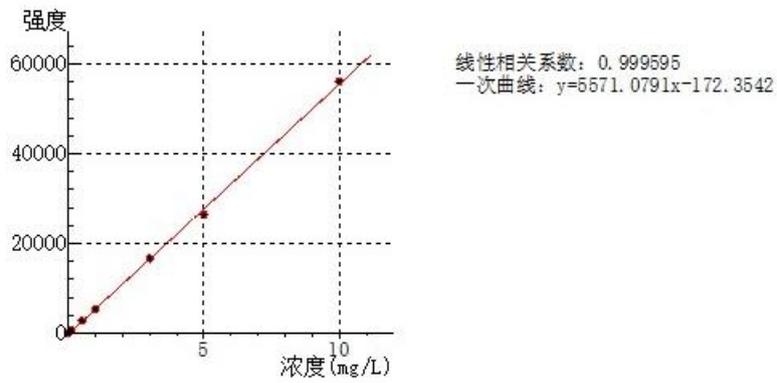
元素 \ 浓度	空白标样	标样 1	标样 2	标样 3	标样 4	标样 5	标样 6
Fe	0.00	0.11	0.51	1.05	3.04	4.85	10.05
Mg	0.00	0.15	0.52	1.00	3.01	4.77	10.10
Ti	0.00	0.15	0.52	1.06	2.95	4.79	10.10
Al	0.00	0.17	0.51	1.04	2.89	4.82	10.11
Ca	0.00	0.19	0.53	1.01	2.84	4.80	10.13
Na	0.00	0.13	0.47	0.98	2.88	5.07	—

标准曲线

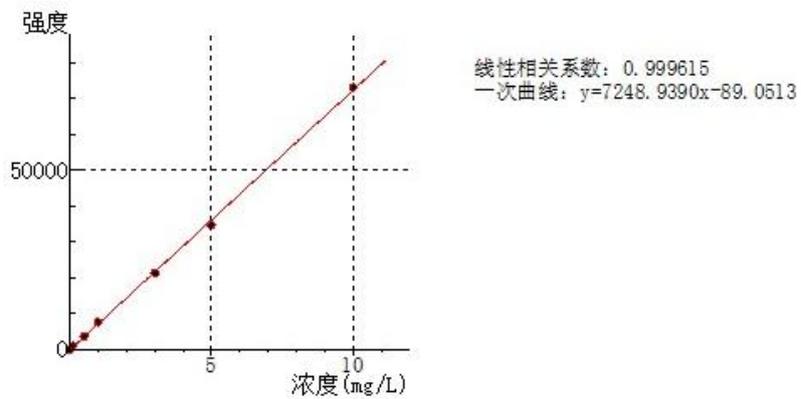
Fe 标准曲线



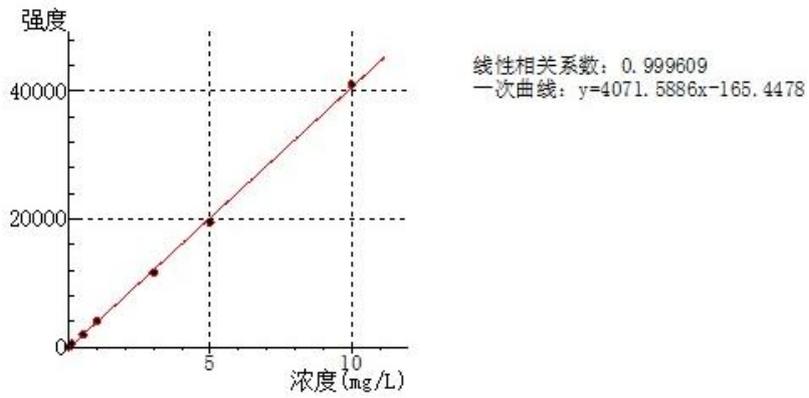
Mg 标准曲线



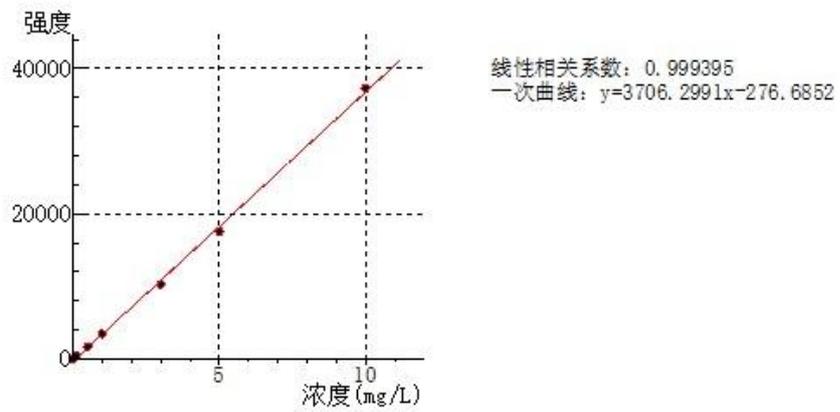
Ti 标准曲线



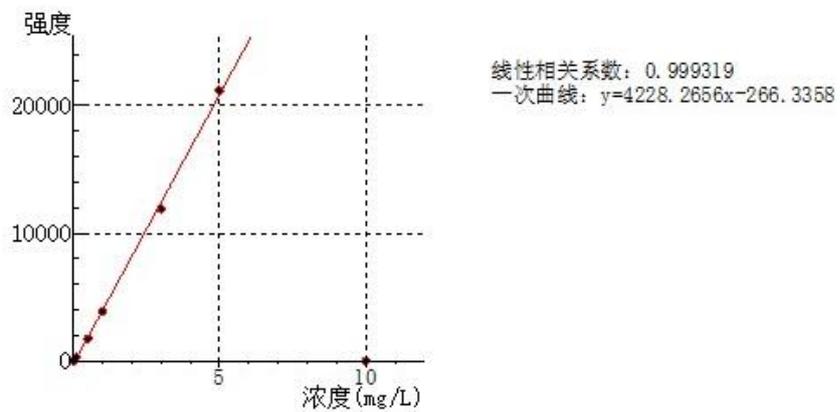
Al 标准曲线



Ca 标准曲线



Na 标准曲线



分析结果

单位：%

元素	Fe	Mg	Ti	Al	Ca	Na
含量	0.413	0.585	0.0843	0.126	1.101	47.607

实验总结

本文建立了感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)法测定水泥中铁、镁、钛、铝、钙、钠含量的方法。参照国家标准 GBT176-2017 中光谱条件并进行优化,采用东西分析 ICP-7700 型电感耦合等离子体发射光谱仪进行分析,实验结果表明,该方法操作简单、分析方便、结果准确,可以满足如产品质量控制、科研等需求,可供相关人员参考。