

# ICPE-9820 测定混凝土外加剂中氧化物的含量

ICP-167

**摘要:** 参照标准《T/CBMF 102-2021 混凝土外加剂化学分析方法》,使用氢氟酸、高氯酸混合酸湿法消解样品,利用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 轴向、径向双向观测测定了混凝土外加剂中氧化物含量。分析结果表明,该方法各元素检出限为 0.51 mg/kg~92 mg/kg,加标回收率为 95.3%~103%,双向观测可实现样品中高、低浓度元素的同步测定,该方法可适用于混凝土外加剂中元素氧化物含量的测定。

**关键词:** ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱法 混凝土外加剂 氧化物

混凝土外加剂是混凝土中除凝胶材料、骨料、水和纤维组分外,在混凝土拌制之前或拌制过程中加入的,用以改善新拌混凝土和硬化混凝土的性能,对人、生物及环境安全无有害影响的材料 (GB/T 8075-2017 混凝土外加剂术语)。根据主要使用功能可分为改善混凝土拌合物物流性能的外加剂,如各种减水剂和泵送剂;调节混凝土凝结时间、硬化过程的外加剂,如缓凝剂、早强剂、促凝剂和速凝剂等;改善混凝土耐久性的外加剂,如引气剂、防水剂和阻锈剂等;改善混凝土其他性能的外加剂,如膨胀剂、防冻剂和着色剂等。

各种混凝土外加剂的应用改善了新拌和硬化混凝土性能,促进了混凝土新技术的发展,促进了工业副产品在凝胶材料系统中更多的应用,还有助于节约资源和环境保护,已经逐步成为优质混凝土必不可少的

材料。铁路、机场、煤矿、市政等工程对混凝土外加剂均有旺盛需求。

目前,我国对混凝土外加剂中成分含量进行检测主要依据 GB 8076-2008《混凝土外加剂》和 GB/T 8077-2012《混凝土外加剂均质性实验方法》这两个标准。在这两个标准中,碱含量 ( $\text{Na}_2\text{O}$  和  $\text{K}_2\text{O}$ ) 的分析方法为火焰光度法和原子吸收法,硫酸钠检测的分析方法为重量法,这几种分析方法均不能进行多元素的同时分析,试验周期长,操作步骤繁琐。

电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 具有测定元素范围广、线性范围宽、精密度高、多元素测定等优点,已被国内外耐火材料、玻璃、陶瓷等建材产品的化学分析标准广泛采用。本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICPE-9820) 分析混凝土外加剂中金属氧化物的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准炬管	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

水不溶性样品：准确称取试样 0.100 g，置于聚四氟乙烯消解管中，加入少量水润湿，摇动使试料分散；加入 10 ~ 15 mL 氢氟酸和约 0.5 mL 高氯酸，将器皿置于电热板上（100 ~ 130）℃加热，蒸发至糊状，于（170 ~ 180）℃加热蒸发近干，冷却；加入 4 mL 盐酸及适量水，加热溶解至溶液澄清；冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀待测。

水溶性样品：准确称取试样 0.100 g，放入 100 mL 烧杯中，加 50 mL 水和 4 mL 盐酸溶解试样，转移至 100 mL 容量瓶，稀释至刻度。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

使用 4% 盐酸稀释配制浓度 0、1、10、25、50、100 mg/L 的标准序列，标准曲线浓度可以根据样品含量进行适当调整，部分曲线图见图 1~ 图 4，部分轮廓图见图 5、图 6。

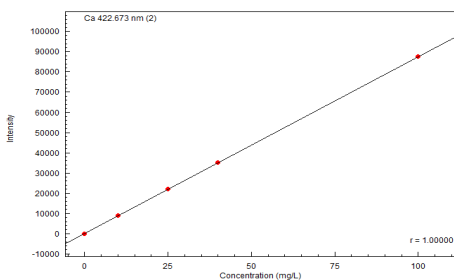


图 1 钙 (Ca) 标准曲线 r=1.0000

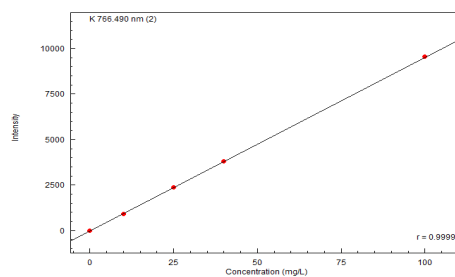


图 3 钾 (K) 标准曲线 r=1.0000

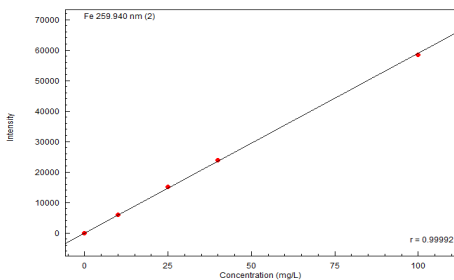


图 2 铁 (Fe) 标准曲线 r=0.99992

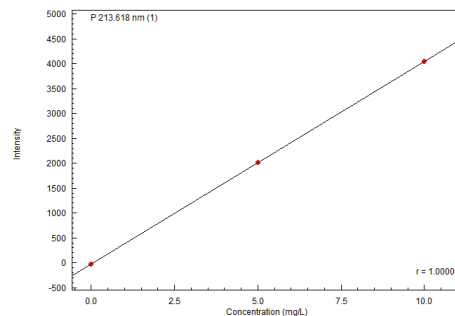


图 4 磷 (P) 标准曲线 r=0.9998

Fe 259.940 Best  
条件1

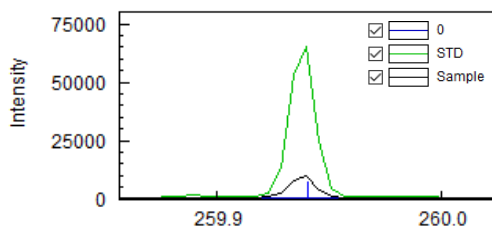


图 5 铁 (Fe) 轮廓图

Ca 422.673  
条件2

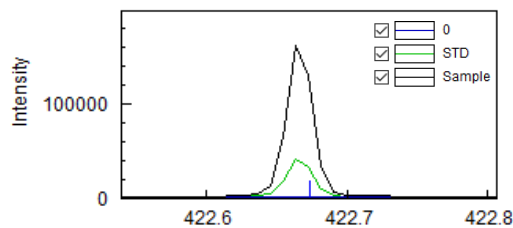


图 6 钙 (Ca) 轮廓图

以方法空白溶液连续测定 7 次，计算方法检出限，以称样 0.1 g 定容到 100 mL 计算，得到该方法的检出限（MDL），各元素检出限为 0.51 mg/kg~92 mg/kg，详细结果见表 2。

表 2 元素方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	IDL (mg/L)	MDL (mg/kg)
Al	394.403	径向	0.021	21
Ca	422.673	径向	0.012	12
Fe	259.940	轴向	0.0010	1.0
K	766.490	径向	0.092	92
Mg	285.213	径向	0.0019	19
Mn	259.373	径向	0.00051	0.51
Na	589.592	径向	0.033	33
P	213.618	轴向	0.0058	5.8
Ti	334.941	径向	0.00061	0.61
Zn	202.548	径向	0.0021	2.1

备注：双向观测时可根据不同类型样品实际浓度选择径向或轴向观测结果等。

### 3.2 样品结果

取混凝土外加剂样品按照样品前处理程序处理后进样测定，测定结果见表 3，各元素重复性良好，加标回收率为 95.3~103%。

表 3 混凝土外加剂测试结果

元素	测试结果 (mg/L)	RSD (%)	氧化物			加标量 (mg/L)	回收率 (%)
			化合物	转换系数	样品结果 (%)		
Al	3.84	3.30	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.205	0.46	5.00	102
Ca	23.7	2.02	CaO	1.658	3.93	5.00	98.0
Fe	1.42	2.84	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.430	0.20	5.00	97.2
K	1.14	0.01	K <sub>2</sub> O	1.582	0.18	5.00	102
Mg	1.99	3.34	MgO	2.292	0.46	5.00	95.3
Mn	0.11	1.89	MnO	1.291	0.014	5.00	103
Na	3.35	2.37	Na <sub>2</sub> O	1.890	0.63	5.00	101
P	0.27	2.22	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1.669	0.05	5.00	98.6
Ti	0.11	4.53	TiO <sub>2</sub>	2.497	0.03	5.00	102
Zn	0.02	4.83	ZnO	1.461	0.0034	5.00	98.4

## ■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定了混凝土外加剂中元素氧化物的含量。该方法抗基体能力强，精密度高，ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效减少样品残留和防止炬管积碳积盐，可以实现轴向和径向观测，实现高低浓度的一次测定，适用于混凝土外加剂中氧化物含量的分析测定。

岛津应用云

