

ICPE-9820 测定碳酸盐岩中氧化物的含量

ICP-168

摘要：参照标准 T/CBMF 101-2021 《碳酸盐岩石化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用湿法消解碳酸盐岩样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了样品中多种氧化物的含量。分析结果表明，该方法各元素检出限为 0.10~12 mg/kg；仪器精密度优良，测定 RSD 值小于 4.00%；样品加标回收率为 97.3~104%。该方法灵敏度高，重复性良好，适用于碳酸盐岩中氧化物含量的批量测定。

关键词：电感耦合等离子体原子发射光谱法 碳酸盐岩 氧化物

碳酸盐岩是由沉积形成的碳酸盐矿物组成的岩石的总称，主要为石灰岩和白云岩两类，其广泛用于建筑、玻璃、装饰、化工等工业。在建材行业，碳酸盐岩石被广泛使用，一些自然产出纯的石灰岩就是大理石，可被用作壁面或地板；石灰岩还是制造普通水泥的主要成分；开采出来的白云岩粉碎后，可作为混凝土或沥青的骨料。

目前，我国对碳酸盐岩石的化学成分分析主要执行 GB/T 5762-2012 《建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法》、GB/T 3286-2012 《石灰石及白云石化学分析方法》、JC/T 1021.3-2007 《非金属矿物和岩石化学分析方法 第 3 部分 碳酸盐岩石、矿物化学分析方法》和 JC/T 478.2-2013 《建筑石灰试验方法 第 2 部分：化学分析方法》这四个标准。在这四个标准中，化学

成分的分析方法还是采用传统的化学分析方法，针对不同元素分别采用了分光光度法、化学滴定法、火焰光度计法和原子吸收光谱法，这些方法只能顺序进行单元素分析，不能进行多元素的同时分析，试验周期长，操作步骤繁琐。

电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）具有测定元素范围广、线性分析范围宽、分析精密度高、干扰较少、同时或顺序多元素测定等优点，并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。

本文采用湿法消解碳酸盐岩样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了碳酸盐岩样品多种氧化物的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪。



图 1 岛津 ICPE-9820 型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	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

称取试样约 0.10 g，精确至 0.0001g，置于铂金皿或者聚四氟乙烯器皿中，用少量水 (0.50~1.00 mL) 润湿，加入 (5.00 ~ 7.00) mL 氢氟酸和约 0.50 mL 高氯酸后，将器皿置于电热板上于 (100 ~ 130) °C 加热。蒸发至糊状后，于 (170 ~ 180) °C 加热蒸发至干，冷却。加入 4.00 mL 盐酸及适量水，加热溶解至溶液澄清。冷却后，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀待测。若溶液不澄清，可用快速定性滤纸过滤后定容。同法制备空白。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线

使用 4% 的盐酸配制 K、Na、Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Mn、P、Sr、Ba、Zn、Zr、Li、S、Cr、Cu、Cd、Co、Ni 混合标准溶液，浓度为 0 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L、40.0 mg/L，标准曲线浓度范围可以根据样品含量进行适当调整。部分元素标准曲线如下图。

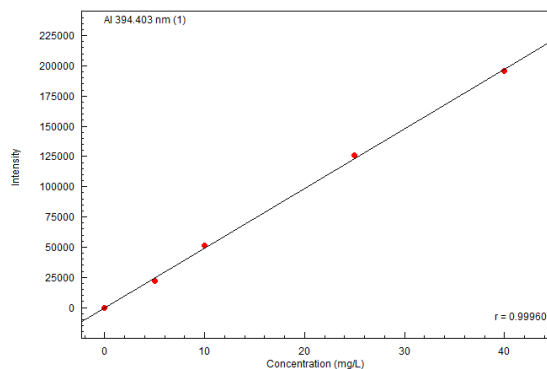


图 2 铝 (Al) 标准曲线 $r=0.99950$

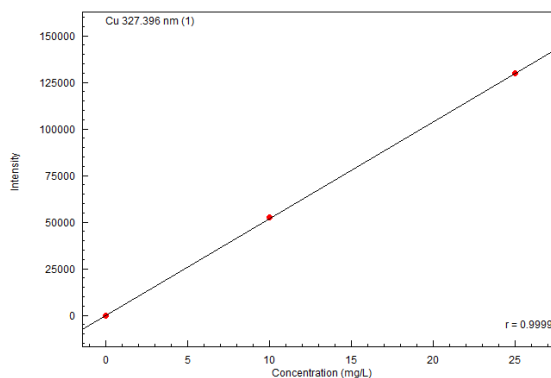


图 3 铜 (Cu) 标准曲线 $r=0.99999$

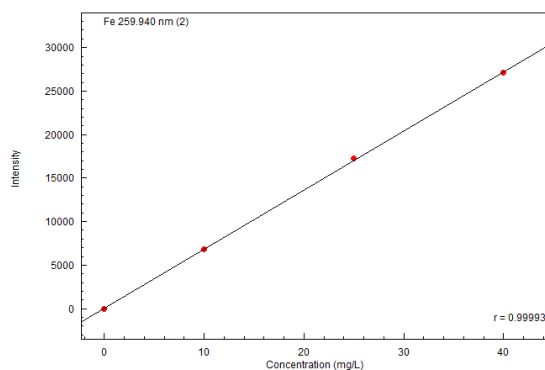


图 4 铁 (Fe) 标准曲线 $r=0.99993$

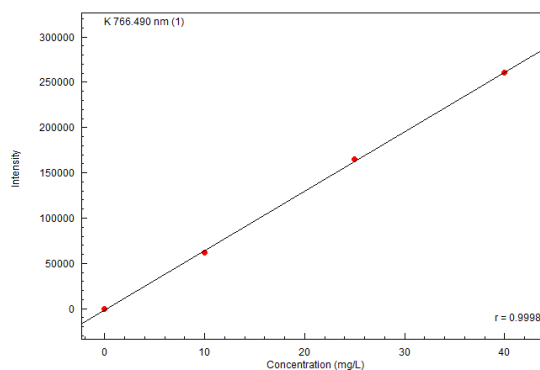


图 5 钾 (K) 标准曲线 $r=0.99981$

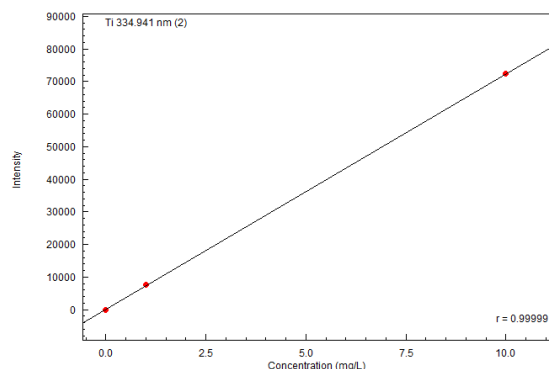


图 6 钛 (Ti) 标准曲线 $r=0.99999$

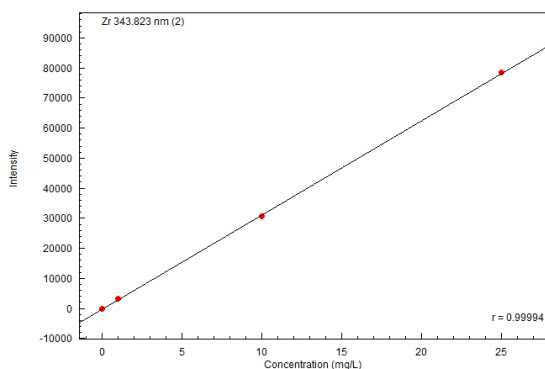


图 7 锆 (Zr) 标准曲线 $r=0.99994$

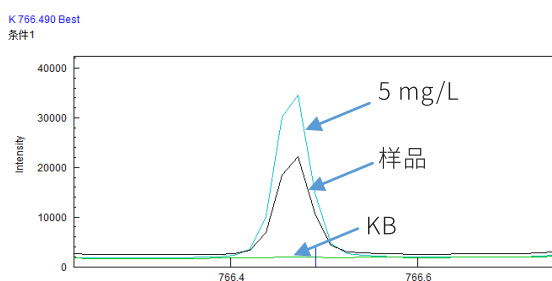


图 8 钾 (K) 谱峰轮廓图

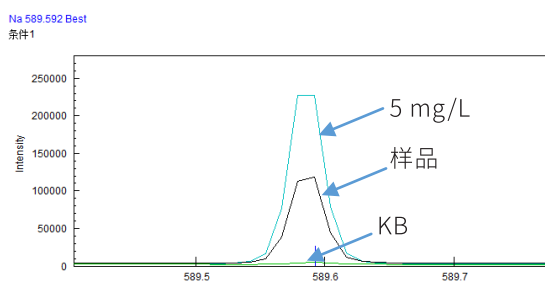


图 9 钠 (Na) 谱峰轮廓图

3.2 检出限

以方法空白溶液连续测定 10 次，计算检出限 (IDL)，以称样 0.10 g 稀释到 100 mL 计算，得到该方法的检出限 (MDL)，各元素的检出限如表 2 所示。

表 2 检出限 (mg/kg)

元素	波长 (nm)	观测方向	IDL(mg/L)	MDL(mg/kg)
Al	394.403	轴向	0.0034	3.4
Ba	455.403	轴向	0.00010	0.10
Ca	317.933	径向	0.011	11
Cd	226.502	轴向	0.00012	0.12
Co	228.616	轴向	0.00012	0.12
Cr	267.716	轴向	0.00029	0.29
Cu	327.396	轴向	0.0035	3.5
Fe	259.940	径向	0.012	12
K	766.490	轴向	0.0025	2.5
Li	670.784	轴向	0.00012	0.12
Mg	285.213	径向	0.0036	3.6
Mn	259.373	轴向	0.00021	0.21
Na	589.592	轴向	0.0021	2.1
Ni	231.604	轴向	0.00026	0.26
P	213.618	轴向	0.0043	4.3
S	182.037	轴向	0.0076	7.6
Sr	421.552	径向	0.00047	0.47
Ti	334.941	径向	0.0013	1.3
Zn	206.200	轴向	0.00041	0.41
Zr	343.823	径向	0.0016	1.6

3.3 样品结果

按照样品前处理程序，对碳酸盐岩样品进行分析测定，分析结果见表 3。同时对样品进行加标回收率实验，测定结果见表 3，各元素测定 RSD 小于 4.00%，加标回收率为 97.3~104%。

表 3 样品中元素及氧化物分析结果

元素	测定结果 (mg/L)	RSD (n=3,%)	氧化物			加标量 (mg/L)	回收率 (%)
			化合物	转换系数	样品结果 (%)		
Al	1.73	0.05	Al ₂ O ₃	1.890	0.34	5.00	104
Ba	0.20	0.51	BaO	1.116	0.023	5.00	103
Ca	199	0.36	CaO	1.399	29.1	10.0	102
Cd	N.D.	---	CdO	1.142	---	5.00	102
Co	N.D.	---	Co ₂ O ₃	1.407	---	5.00	102
Cr	N.D.	---	Cr ₂ O ₃	1.461	---	5.00	98.2
Cu	N.D.	---	CuO	1.252	---	5.00	97.9
Fe	0.71	0.35	Fe ₂ O ₃	1.430	0.11	5.00	105
K	2.40	0.19	K ₂ O	1.205	0.30	5.00	97.3
Li	N.D.	---	Li ₂ O	2.153	---	5.00	97.3
Mg	109	0.54	MgO	1.658	18.8	10.0	103
Mn	0.057	0.60	MnO	1.291	0.0077	5.00	103
Na	2.46	0.24	Na ₂ O	1.348	0.35	5.00	103
Ni	N.D.	---	NiO	1.409	---	5.00	98.6
P	0.026	1.64	P ₂ O ₅	2.292	0.0062	5.00	103
S	0.063	3.96	SO ₃	2.497	0.016	5.00	102
Sr	0.041	0.39	SrO	1.183	0.0051	5.00	98.1
Ti	0.012	2.08	TiO ₂	1.669	0.0021	5.00	97.7
Zn	0.22	0.25	ZnO	1.245	0.028	5.00	98.5
Zr	0.052	0.62	ZrO ₂	1.351	0.0074	5.00	102

N.D.: 未检出。

■ 结论

参照标准 T/CBMF 101-2021 《碳酸盐岩石化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定了碳酸盐岩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，适用于碳酸盐岩中氧化物含量的分析测定。

岛津应用云

