

ICPE-9820 测定石膏及石膏制品中氧化物的含量

ICP-166

摘要：本文参考标准 T/CBMF 100-2021《石膏及石膏制品化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用湿法消解石膏及石膏制品样品，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，各元素的方法检出限为 0.12~21 mg/kg；仪器精密度优良，RSD 值小于 2.00% (n=3)；样品加标回收率为 94.4%-107%。该方法灵敏度高，重复性良好，适用于石膏及石膏制品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 石膏及石膏制品 氧化物

我国处于经济高速发展的阶段，能源紧张、资源匮乏、环境恶化的现实，要求我们在科学发展观的指导下，采用生态技术，开发生态材料，改善生态环境，促进人类社会的健康发展。石膏制品具有节能、隔热、防火、隔音等优点，是符合国家目前倡导的节能环保的绿色生态建筑材料。

目前，我国对石膏及石膏制品的化学成分分析主要执行 GB/T 5484-2012《石膏化学分析方法》、JC/T 1021.8-2007《非金属矿物和岩石化学分析方法 第 8 部分 石膏矿化学分析方法》、QB/T 1641-1992《陶瓷用石膏化学分析方法》等标准。在这些标准中，元素检测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测定，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、同时多元素测定等优点。

本文参考标准 T/CBMF 100-2021《石膏及石膏制品化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用湿法消解石膏及石膏制品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了石膏及石膏制品中多种氧化物的含量。

■ 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 |

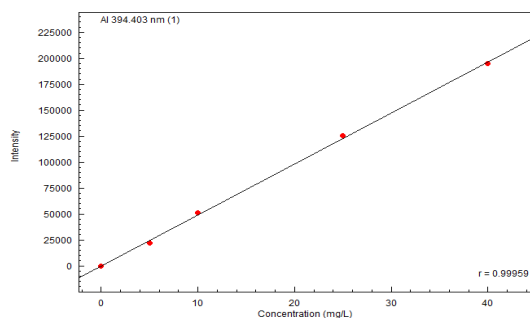
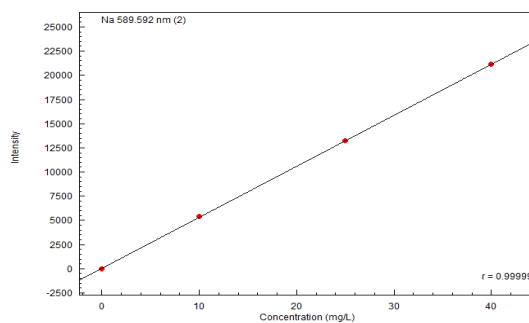
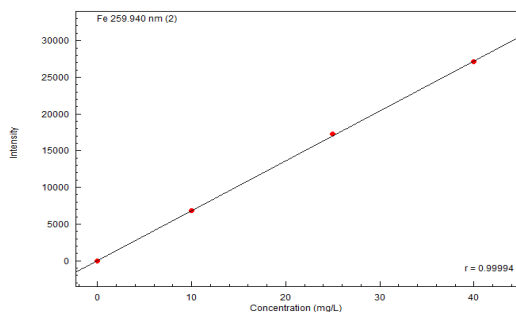
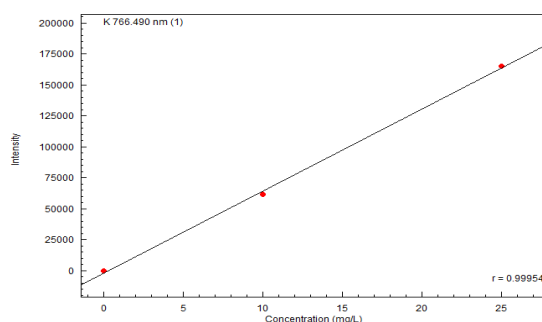
■ 样品前处理

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（5~7）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）℃加热。蒸发至糊状后，于（170~180）℃加热蒸发至干，冷却。加入 4 mL 盐酸及适量水，加热溶解至溶液澄清。冷却后，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 Al、Fe、K、Mg、Zr、Cd、Cr、Ni、S、Mn、Na、Li、Cu、Ti、Zn、Co、P、Ba 和 Sr 混合标准溶液，浓度为 0 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、5.00mg/L、10.0mg/L、25.0 mg/L、40.0mg/L，标准曲线浓度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 $r=0.99959$

 图 3 钠 (Na) 标准曲线 $r=0.99999$

 图 4 铁 (Fe) 标准曲线 $r=0.99994$

 图 5 钾 (K) 标准曲线 $r=0.99954$

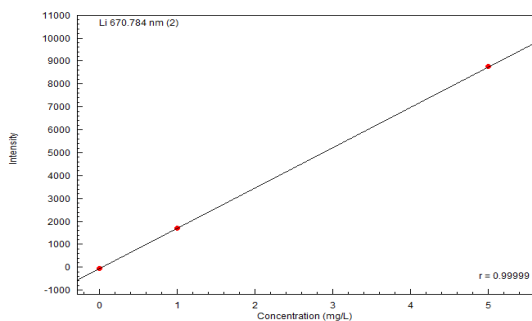


图 6 锂 (Li) 标准曲线 $r=0.99999$

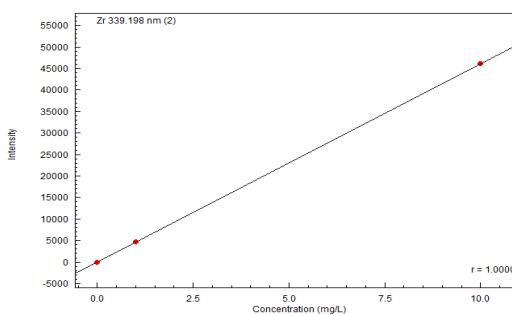


图 7 锆 (Zr) 标准曲线 $r=1.00000$

Ba 455.403

条件1

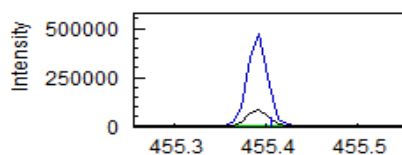


图 8 钡 (Ba) 谱峰轮廓图

K 766.490 Best

条件1

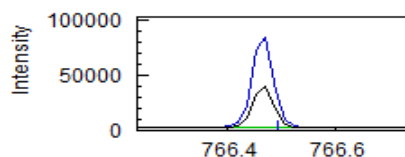


图 9 钾 (K) 谱峰轮廓图

Mg 285.213 Best

条件2

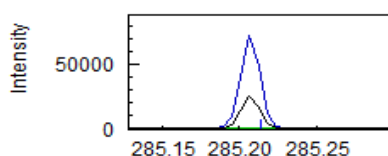


图 10 镁 (Mg) 谱峰轮廓图

Al 394.403

条件2

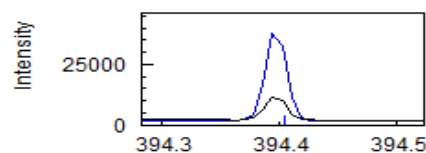


图 11 铝 (Al) 谱峰轮廓图

3.2 检出限

以方法空白溶液连续测定 10 次，计算仪器检出限 (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

| 元素 | 波长 (nm) | IDL (mg/L) | MDL (mg/kg) | 元素 | 波长 (nm) | IDL (mg/L) | MDL (mg/kg) |
|-----|---------|------------|-------------|-----|---------|------------|-------------|
| *Al | 394.403 | 0.021 | 21 | Na | 589.592 | 0.0011 | 1.1 |
| *Fe | 259.940 | 0.012 | 12 | Li | 670.784 | 0.00012 | 0.12 |
| K | 766.490 | 0.0021 | 2.1 | Cu | 324.754 | 0.0073 | 7.3 |
| *Mg | 285.213 | 0.0021 | 2.1 | Ti | 334.941 | 0.00045 | 0.45 |
| Cd | 226.502 | 0.00012 | 0.12 | Zn | 206.200 | 0.00056 | 0.56 |
| *Zr | 339.198 | 0.0043 | 4.3 | Co | 228.616 | 0.00012 | 0.12 |
| Cr | 267.716 | 0.00029 | 0.29 | P | 213.618 | 0.0046 | 4.6 |
| Ni | 231.604 | 0.00026 | 0.26 | Ba | 455.403 | 0.00014 | 0.14 |
| S | 182.037 | 0.0077 | 7.7 | *Sr | 407.771 | 0.00032 | 0.32 |
| Mn | 259.373 | 0.00012 | 0.12 | - | - | - | - |

备注：* 为径向观测模式，测定时可以根据实际样品元素含量选择合适的观测模式

3.3 样品结果

按照样品前处理程序，对石膏及石膏制品进行分析测定，分析结果见表 3。同时对样品进行样品加标回收率实验，加标回收率为 94.4%-107% 之间。每份样品测定 3 次，RSD 值小于 2.00%，仪器精密度优良。

表 3 分析结果及加标回收率

| 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 | 25.5 | 1.15 | Al ₂ O ₃ | 1.89 | 4.82 | 10.0 | 102 |
| Fe | 10.4 | 0.69 | Fe ₂ O ₃ | 1.43 | 1.49 | 10.0 | 98.6 |
| K | 4.46 | 0.96 | K ₂ O | 1.205 | 0.54 | 5.00 | 104 |
| Mg | 8.56 | 0.87 | MgO | 1.658 | 1.42 | 10.0 | 103 |
| Zr | 0.14 | 0.26 | ZrO ₂ | 1.351 | 0.02 | 0.50 | 103 |
| Cd | N.D. | - | CdO | 1.142 | N.D. | 0.50 | 102 |
| Cr | N.D. | - | Cr ₂ O ₃ | 1.461 | N.D. | 0.50 | 101 |
| Ni | N.D. | - | NiO | 1.409 | N.D. | 0.50 | 104 |
| S | N.D. | 1.78 | SO ₃ | 2.497 | N.D. | 0.50 | 105 |
| Mn | 0.25 | 0.80 | MnO | 1.291 | 0.03 | 0.50 | 95.9 |
| Na | 1.53 | 1.10 | Na ₂ O | 1.348 | 0.21 | 5.00 | 107 |
| Li | N.D. | - | Li ₂ O | 2.153 | N.D. | 0.50 | 94.4 |
| Cu | N.D. | - | CuO | 1.252 | N.D. | 0.50 | 98.7 |
| Ti | 0.94 | 0.80 | TiO ₂ | 1.669 | 0.16 | 0.50 | 97.1 |
| Zn | 0.21 | 0.66 | ZnO | 1.245 | 0.03 | 0.50 | 96.2 |
| Co | N.D. | 0.31 | Co ₂ O ₃ | 1.407 | N.D. | 0.50 | 98.2 |
| P | 0.55 | 1.00 | P ₂ O ₅ | 2.292 | 0.13 | 0.50 | 104 |
| Ba | 0.16 | 0.94 | BaO | 1.116 | 0.02 | 0.50 | 97.9 |
| Sr | N.D. | - | SrO | 1.183 | N.D. | 0.50 | 106 |

N.D. 代表未检出。

■ 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石膏及石膏制品中氧化物的含量。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，适用于批量样品中多种氧化物的快速测定。

岛津应用云

