

Application News

No. J115

ICP 発光分光分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

セメント中の元素分析：ICPE-9820

Analysis of Elements in Cement: ICPE-9820

はじめに

Introduction

セメントは、コンクリートの原料として使われており、その化学組成は、製品であるコンクリートの品質に影響を及ぼします。特に、セメントの主成分である CaO の濃度は、コンクリートの強度発現までの時間に影響を与え、Fe₂O₃ や MgO、TiO₂ などの微量成分はコンクリートの外観に影響を与えます。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、普通ポルトランドセメントと、スラグとフライアッシュを混合させたポルトランドセメント中の、元素分析を行いました。試料の前処理は、セメント協会 JCAS I-52-2000¹⁾ に採用されているアルカリ溶融法を用いました。ICPE-9820 は、プラズマトーチの縦方向配置と、塩が析出しにくいプラズマトーチの採用により、アルカリ溶融試料のように、高塩濃度の試料を精度良く分析できます。

C. Kawai

試料

Sample

- ・普通ポルトランドセメント JCA-CRM-1 (認証標準物質)
- ・ポルトランドセメント SRM 1881a (認証標準物質)
(スラグ、フライアッシュ混合品)

試料前処理

Sample Preparation

セメント協会 JCAS I-52-2000¹⁾ に採用されている前処理方法に従い、以下の処理を行いました。

各試料を 0.2 g 秤取り、硝酸 (1 + 9) 16.0 mL を加えて溶解しました。これをろ過し、不溶解残渣を灰化後、メタほう酸 リチウム 0.08 g を加え融解しました。融解生成物を水 4 mL、硝酸 0.8 mL を加えて溶解しました。溶解液とろ液を合わせ、硝酸 1.6 mL を加え、100 mL に定容し、分析試料としました。

標準試料は、市販単元素標準液を純水で適宜希釈し、融剤と酸の濃度を合わせて、作製しました。

また、内標準元素として、Y (イットリウム) と In (インジウム) の単元素標準液を、すべての試料に一定濃度となるように添加しました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定は、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-

9820 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。

多くの ICP 装置では、高塩濃度の試料を分析する場合、プラズマトーチ先端部への塩の析出による、トーチの詰まりが問題になります。しかし、島津 ICPE-9820 は、プラズマトーチの縦方向配置と、塩が析出しにくいプラズマトーチの採用により、トーチの詰まりが極めて少なくなっています。このため、セメントや、アルカリ融解法で前処理をした高塩濃度の試料を、安定して分析できます。

また、島津 ICPE-9820 は真空型分光器を用いていますので、P の様な真空紫外域の波長も、パージ型分光器に必要な高純度ガスを使用せず、低ランニングコストで安定した分析を行うことができます。

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.20 kW
プラズマガス流量	: 14.0 L/min
補助ガス流量	: 1.20 L/min
キャリアーガス流量	: 0.70 L/min
試料導入	: ネプライザー, 10UES
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: 高塩用トーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)

分析

Analysis

検量線法 - 内標準法により、認証されている元素 (JCA-CRM-1 : Fe, Ca, Mg, Na, K, Ti, P, Mn, Sr, SRM 1881a : Fe, Ca, Mg, Na, K, Ti, P, Mn, Sr, Cr, Zn) について分析を行いました。

分析結果

Analytical Results

Table 2 に分析結果と認証値を示します。分析結果は、認証値と一致した結果が得られました。

Fig. 1 に Ca, Ti, Mn のスペクトル線プロファイルを示します。Fig. 2 に Fe, Mg, P の検量線を示します。

まとめ

Conclusion

アルカリ溶融法による前処理を行ったセメント試料中の多元素を、ICPE-9820 を用いることにより、精度良く分析することができます。

【参考資料】

1) セメント協会 JCAS I-52-2000

ICP 発光分光分析及び電気加熱式原子吸光分析によるセメント中の微量成分の定量方法

Table 2 セメント分析結果
Analytical Results of Cement

(単位：%)

成分	JCA-CRM-1		SRM 1881a	
	定量値	認証値	定量値	認証値
Fe ₂ O ₃	2.65	2.67±0.02	3.00	3.09±0.11
CaO	65.27	65.21±0.10	57.72	57.58±0.34
MgO	2.16	2.13±0.03	2.92	2.981±0.077
Na ₂ O	0.25	0.26±0.02	0.20	0.199±0.007
K ₂ O	0.56	0.56±0.02	1.24	1.228±0.029
TiO ₂	0.35	0.35±0.01	0.368	0.3663±0.0030
P ₂ O ₅	0.28	0.28±0.01	0.14	0.1459±0.0057
MnO*	0.061	0.06±0.01	-	-
Mn ₂ O ₅ *	-	-	0.105	0.1042±0.0016
SrO	0.045	0.05±0.01	0.040	0.036±0.004
Cr ₂ O ₃	-	-	0.0586	0.0588±0.0020
ZnO	-	-	0.0509	0.0489±0.0028

*) JCA-CRM-1 の認証値はMnOで、SRM 1881a の認証値はMn₂O₅で与えられています。

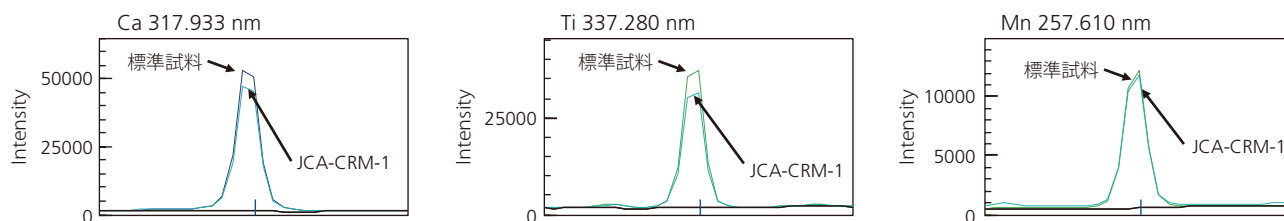


Fig. 1 Ca, Ti, Mnのスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of Ca, Ti and Mn

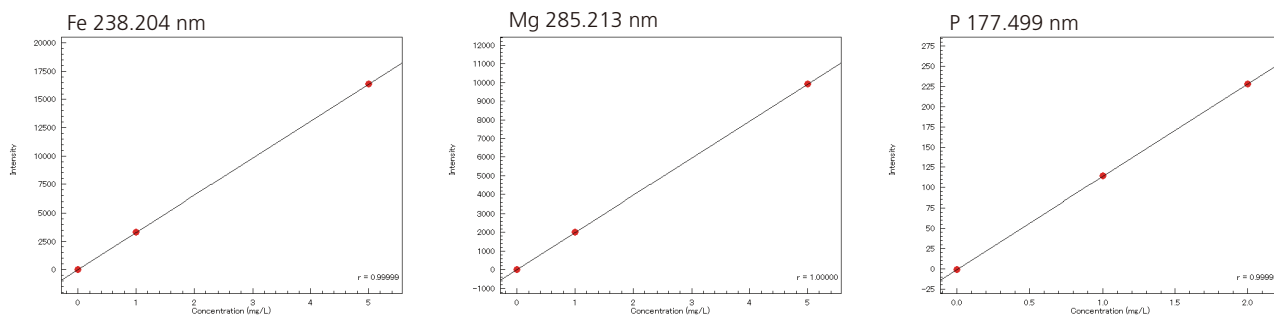


Fig. 2 Fe, Mg, Pの検量線
Calibration Curves of Fe, Mg and P

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2015年4月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。