

Н.В. БАРАННИК, инженер-химик-технолог, С.В. КОТОВ, канд. техн. наук (kottoffser@gmail.com),
Е.С. ПОТАПОВА, магистр, С.С. МАЛАХИН, магистр

Научно-исследовательский, проектно-конструкторский и технологический институт бетона и железобетона –
НИИЖБ им. А.А. Гвоздева, АО «НИЦ «Строительство» (109428, г. Москва, ул. 2-я Институтская, 6, к. 5)

Определение химического состава компонентов бетона методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой

Современные методы химического анализа особенно актуальны для определения химического состава материалов, используемых в строительстве. На настоящий момент, в области химического анализа наиболее сбалансированным по соотношению цена – качество является метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП–АЭС). Определение химического состава таких материалов, как цемент, песок и щебень, выполняется согласно нормативным документам по методам, которые являются методами химии растворов. Сопоставление результатов определения химического состава данных материалов по методам химии растворов и по методу ИСП–АЭС показало, что абсолютное отклонение результатов для оксидов каждого определяемого элемента не превышает величину 0,05%. Данный факт подтверждает высокую эффективность метода ИСП–АЭС применительно для определения химического состава компонентов бетона. В статье приведен метод подготовки проб цемента, песка и щебня для проведения ИСП–АЭС анализа, представлены аналитические линии для каждого определяемого элемента и рассмотрен процесс обработки результатов анализа.

Ключевые слова: компоненты бетона, цемент, песок, щебень, химический состав, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой.

Для цитирования: Баранник Н.В., Котов С.В., Потапова Е.С., Малахин С.С. Определение химического состава компонентов бетона методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой // Бетон и железобетон. 2022. № 1 (609). С. 22–30. DOI: <https://doi.org/10.31659/0005-9889-2022-609-1-22-30>

N.V. BARANNIK, Engineer-Chemist-Technologist, S.V. KOTOV, Candidate of Sciences (Engineering), (kottoffser@gmail.com),
E.S. POTAPOVA, Magister, S.S. MALAKHIN, Magister

Research, Design and Technological Institute of Concrete and Reinforced Concrete – NIIZHB named after A.A. Gvozdev JSC “Research Center “Stroitel'stvo”
(6, build. 5, 2-nd Institut'skaya Street, Moscow, 109428, Russian Federation)

Determination of Chemical Composition of Concrete Components by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

The modern techniques of chemical analysis are especially significant for determination of the chemical composition of building materials. At present moment, in a field of chemical analysis, the most balanced technique in terms of price and quality is the inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). Determination of chemical composition of such materials as cement, sand and crushed rock are carrying out according to codes GOST 5382, GOST 8735 and GOST 82169.1, using techniques that in fact are techniques of the classical chemistry, which are so called “chemistry of solutions”. Comparison between the results of determination of the chemical composition of such materials that were obtained by techniques of the chemistry of solutions and by ICP-AES technique, showed that absolute deviation of results for the each determined element's oxide were not higher than the value of 0.05%. This fact confirms that ICP-AES technique is highly effective for determination of the chemical composition of materials using for making concrete. The preparation technique for samples of cement, sand and crushed rock, analytical lines for the each determine element and processing of the results for ICP-AES technique are presented in this article.

Keywords: concrete components, cement, sand, crushed rock, chemical composition, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry.

For citation: Barannik N.V., Kotov S.V., Potapova E.S., Malakhin S.S. Determination of chemical composition of concrete components by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. *Beton i Zhelezobeton* [Concrete and Reinforced Concrete]. 2022. No. 1 (609), pp. 22–30. (In Russian). DOI: <https://doi.org/10.31659/0005-9889-2022-609-1-22-30>

В области строительства самым распространенным строительным материалом в мире полноправно считается бетон. Цемент, песок и щебень являются основными компонентами бетона, поэтому оценка их химического состава является важным этапом на пути принятия решения об использовании данных материалов при разработке состава бетона.

В РФ химический анализ цемента проводят по ГОСТ 5382–2019 «Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа», химический анализ песка по ГОСТ 8735–88 «Песок для

строительных работ. Методы испытаний» и химический анализ щебня по ГОСТ 8269.1–97 «Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы химического анализа». Методы анализа, представленные в данных нормативных документах, являются, по сути, методами классической химии, также называемыми методами химии растворов.

Для эффективного развития современного материаловедения требуется сокращение цикла проведения анализа в большинстве современных ме-

тодов аналитической химии. В научном мире идет постоянная разработка новых технологий и приборов, которые призваны улучшить или даже заменить традиционные методы химического анализа. В результате этого наблюдается ситуация, когда, казалось бы, эффективный метод химического анализа, который успешно применяется сегодня, завтра уже будет заменен на новый, еще более совершенный метод анализа.

Несмотря на данное обстоятельство, атомно-эмиссионная спектрометрия (АЭС) как метод анализа существует в современном мире весьма продолжительное время [1, 2]. Причиной данного явления является постоянное совершенствование и развитие метода АЭС [3, 4]. Одним из развитий АЭС стала атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП–АЭС).

ИСП–АЭС, разработанная в начале 1960-х гг. и в настоящее время широко используемая, характеризуется как аналитический метод с очень широкими возможностями [3, 5–8].

Наиболее распространенным аналитическим прибором, работающим с использованием ИСП–АЭС, является атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП–АЭС спектрометр). ИСП–АЭС спектрометры используют в качестве источника возбуждения индуктивносвязанную плазму [9, 10]. Плазма представляет собой ионизированный газ, который является макроскопически нейтральным, т. е. имеет одинаковое количество позитивно заряженных частиц (ионов) и негативно заряженных частиц (электронов) [11–14]. Создание плазмы происходит путем передачи газу индукционного разогрева.

Возможность выполнения многоэлементного анализа является наиболее важным достоинством метода ИСП–АЭС [8].

Анализ по методу ИСП–АЭС – это преимущественно анализ растворов. Данное обстоятельство многие исследователи считают большим достоинством [15, 16]. Для жидких проб (вода и т. п.) это явное преимущество, но и для твердых проб данное обстоятельство также является преимуществом, потому что при растворении твердых проб перед анализом устраняются многие помехи [17]. Существенно упрощается анализ многих гетерогенных материалов, например горных пород. Одни и те же элементы могут составлять множество минеральных структур в одной и той же пробе. Поэтому даже при использовании классических методов анализа (химия растворов) твердую пробу часто необходимо переплавлять. При растворении твердой гетерогенной пробы все элементы переходят в единое состояние [18–20]. Важным достоинством метода анализа

растворов является относительно простой способ приготовления стандартных калибровочных растворов, в которых элементы присутствуют в той же химической форме, что и в пробах.

Таким образом, отсутствуют какие-либо серьезные препятствия применения метода ИСП–АЭС для определения химического состава основных компонентов бетона: цемента, песка и щебня. Важным вопросом является достоверность получаемых по методу ИСП–АЭС результатов, а именно расхождение между данными, полученными по методам химии растворов и по методу ИСП–АЭС. Для решения данной проблемы была выполнена работа по определению химического состава трех образцов цемента, трех образцов песка и трех образцов щебня по методам, изложенным в ГОСТ 5382–2019, ГОСТ 8735–88 и ГОСТ 8269.1–97, и тех же самых образцов материалов по методу ИСП–АЭС.

1. Экспериментальная часть. Для решения поставленных задач, были исследованы следующие материалы:

- 1) Образцы цемента:
 - ЦЕМ I 52,5Н ГОСТ 31108–2016;
 - ЦЕМ II/A-Ш 42,5Н ГОСТ 31108–2016;
 - ЦЕМ II/B-K (Ш-И) 42,5Н ГОСТ 31108–2016.
- 2) Образцы песка (мелкого заполнителя):
 - песок кварцевый, Якутия;
 - песок, Дальний Восток;
 - песок, Белгородская область.
- 3) Образцы щебня (крупного заполнителя):
 - щебень, диоритовый карьер;
 - щебень карбонатный, Якутия;
 - изверженные породы, Камчатка.

1.1. Определение химического состава компонентов бетона методами химии растворов. Примененное общее лабораторное оборудование (колбы, стаканы, тигли и т. д.) соответствует требованиям действующих нормативных документов.

Основное примененное оборудование:

- весы OHAUS AR 2140;
- сухожаровые шкафы с естественной конвекцией Binder ED 53;
- вибрационная дисковая мельница Retsch RS 200;
- мельница-ступка Retsch RM 200;
- спектрофотометр Nach Lange DR 3900.

Для каждого анализируемого образца было проведено три параллельных испытания. Испытания по определению химического состава исследуемых материалов были проведены согласно методам, изложенным в ГОСТ 5382–2019, ГОСТ 873–88 и ГОСТ 8269.1–97.

Таблица 1
Table 1Перечень стандартов и аналитических линий для метода ИСП-АЭС
List of standards and analytical lines for the ICP-AES method

Элемент	Название стандарта	Аналитическая линия λ , нм	Аналитическая линия в программе iTEVA, нм
Si	ГСО 8212–2002	251,6	251,611
Ca	ГСО 7927–2001	422,6*	422,673*
Mg	ГСО 7835–2000	285,2*	285,213*
Al	ГСО 7682–99	308,2	308,215
Fe	ГСО 7681–99	259,9	259,94
S	ГСО 7775–2000	182,6	182,624
Na	ГСО 7771–2000	589,5*	589,592*
K	ГСО 8464–2003	766,4	766,49
Mn	ГСО 7875–2000	259,3	259,373
Ti	ГСО 7834–2000	336,1	336,121
Cr	ГСО 7683–99	267,7	267,716
P	ГСО 7748–99	213,6	213,618
Ba	ГСО 7107–94	455,4	455,403

* съемка линии в радиальном режиме обзора плазмы.

Таблица 2
Table 2Химический состав исследованных образцов цемента, определенный по методам химии растворов
The chemical composition of the studied cement samples determined by the methods of solution chemistry

Тип или марка портландцемента	№ исп.	Содержание оксидов, мас. %						
ЦЕМ I 52,5Н ГОСТ 31108–2016		ППП	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	0,94	21	63,09	1,70	5,07	4,6	2,67
	2	1,01	21,12	63,12	1,98	4,98	4,4	2,56
	3	0,98	20,96	62,96	1,88	4,96	4,52	2,6
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,19	0,27	0,1	0,09	≤0,01	0,25	≤0,01
	2	0,21	0,25	0,1	0,06	≤0,01	0,22	≤0,01
	3	0,2	0,26	0,14	0,1	≤0,01	0,23	≤0,01
ЦЕМ II/A-Ш 42,5Н ГОСТ 31108–2016		ППП	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	1,63	23,51	56,3	4,46	4,83	4,86	2,59
	2	1,75	23,62	56,41	4,31	4,91	4,89	2,51
	3	1,71	23,5	56,53	4,21	4,81	4,91	2,52
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,32	0,51	0,11	0,2	≤0,01	0,38	≤0,01
	2	0,29	0,49	0,08	0,18	≤0,01	0,33	≤0,01
	3	0,31	0,5	0,1	0,21	≤0,01	0,37	≤0,01
ЦЕМ II/B-К (Ш-И) 42,5Н ГОСТ 31108–2016		ППП	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	4,65	21,53	59,62	2,08	4,43	2,8	2,87
	2	4,73	21,71	59,8	2,01	4,51	2,76	2,91
	3	4,81	21,79	59,76	2,11	4,49	2,84	2,83
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,11	0,82	0,12	0,24	≤0,01	0,26	≤0,01
	2	0,11	0,79	0,1	0,21	≤0,01	0,22	≤0,01
	3	0,14	0,81	0,11	0,2	≤0,01	0,24	≤0,01

1.2. *Определение химического состава компонентов бетона методом ИСП–АЭС.* Для определения химического состава исследуемых материалов был использован атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой iCAP 7200 Duo (производитель ThermoFisher Scientific). Для каждого анализируемого образца было проведено три параллельных испытания.

Общий процесс проведения анализа заключается в следующем. Анализируемый раствор подается перистальтическим насосом в распылительную систему, состоящую из пневматического концентрического распылителя типа SeaSpray и циклонной распылительной камеры типа Tracey, где образующийся аэрозоль потоком аргона транспортируется в кварцевую плазменную горелку через стеклянный инжектор. В плазме происходит атомизация аэрозоля, ионизация атомов, а также возбуждение атомов и ионов. Возбужденные атомы и ионы испускают электромагнитное излучение, которое разлагается спектрометром и регистрируется CID-детектором. По величине ре-

гистрируемого детектором сигнала в виде интенсивности спектральных линий оценивают содержание определяемого элемента в анализируемом растворе.

Управление спектрометром и обработка аналитических данных осуществляются с помощью программного комплекса iTEVA, установленного на подключенный к спектрометру персональный компьютер. iTEVA содержит встроенную базу данных спектральных линий для большинства элементов Периодической системы. Рабочие параметры спектрометра были установлены согласно рекомендациям фирмы-производителя. В процессе выполнения экспериментальных исследований данные рабочие параметры не изменялись.

Для процедуры калибровки спектрометра iCAP 7200 Duo с целью построения калибровочных кривых в программном комплексе iTEVA были использованы стандарты на исследуемые элементы. Перечень используемых стандартов указан в табл. 1.

Калибровочные кривые были построены для каждого определяемого элемента до величины концен-

Таблица 3
Table 3

Химический состав исследованных образцов цемента, определенный по методу ИСП–АЭС
The chemical composition of the studied cement samples determined by the ICP–AES method

Тип или марка портландцемента	№ исп.	Содержание оксидов, мас. %						
ЦЕМ I 52,5Н ГОСТ 31108–2016		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	20,99	63,11	1,72	5,04	4,61	2,69
	2	–	21,08	63,12	1,96	4,96	4,44	2,52
	3	–	20,91	62,99	1,92	4,98	4,51	2,61
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,21	0,26	0,1	0,1	≤0,01	0,23	≤0,01
	2	0,2	0,24	0,11	0,07	≤0,01	0,22	≤0,01
	3	0,19	0,25	0,12	0,1	≤0,01	0,21	≤0,01
ЦЕМ II/A-Ш 42,5Н ГОСТ 31108–2016		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	23,49	56,29	4,44	4,81	4,91	2,61
	2	–	23,53	56,37	4,34	4,9	4,86	2,52
	3	–	23,51	56,49	4,22	4,82	4,88	2,59
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,3	0,48	0,09	0,19	≤0,01	0,36	≤0,01
	2	0,31	0,51	0,10	0,21	≤0,01	0,38	≤0,01
	3	0,29	0,5	0,09	0,2	≤0,01	0,33	≤0,01
ЦЕМ II/B-К (Ш-И) 42,5Н ГОСТ 31108–2016		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	21,49	59,71	2,01	4,49	2,78	2,89
	2	–	21,67	59,62	2,09	4,52	2,82	2,92
	3	–	21,75	59,8	2,06	4,50	2,74	2,83
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,09	0,8	0,11	0,2	≤0,01	0,25	≤0,01
	2	0,11	0,78	0,12	0,19	≤0,01	0,22	≤0,01
	3	0,12	0,81	0,1	0,22	≤0,01	0,24	≤0,01

трации 50 мг/л. Для выполнения данной процедуры, исходные стандарты были разбавлены до следующих концентраций: 1, 5, 10, 25 и 50 мг/л.

Аналитические линии для исследуемых элементов по методу ИСП-АЭС представлены в табл. 1.

Примененное оборудование и материалы для подготовки пробы в ИСП-АЭС анализе аналогичны оборудованию, указанному в п. 1.1, включая:

- кислота соляная по ГОСТ 3118-77 «Реактивы. Кислота соляная. Технические условия»;
- желатин пищевой по ГОСТ 11293-2017 «Желатин. Технические условия», раствор массовой концентрации 10 г/л (1 г желатина растворяют в 100 мл воды, нагретой до 70°C);
- метабора́т лития химической чистоты, соответствующий нормативной документации производителя;
- сита с размером ячейки 80 и 500 мкм.

Порядок подготовки пробы для ИСП-АЭС анализа следующий.

Отобранную пробу анализируемого материала в количестве 100 г измельчают и последовательным квартованием уменьшают массу от 10 до 25 г. Данную навеску растирают в агатовой ступке до состояния пудры (при контрольном просеивании проба должна полностью проходить через сито с размером ячейки 80 мкм).

Перед взятием навески для анализа пробу высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы (до разницы при двух последовательных взвешиваниях не более 0,0002 г) при температуре $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$. После процесса сушки пробы охлаждают до комнатной температуры любым удобным способом, но в сухих условиях, например в эксикаторе с безводным хлоридом кальция.

Высушенную и охлажденную навеску пробы массой 0,5 г тщательно перемешивают в платиновом тигле с двукратным количеством метабора́та лития и спекают в муфельной печи при температуре 950–

Таблица 4
Table 4

Химический состав образцов песка определенный по методам химии растворов
The chemical composition of sand samples determined by the methods of solution chemistry

Образец	№ исп.	Содержание оксидов, мас. %						
Песок кварцевый, Якутия		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	0,56	86,72	0,98	0,3	7,69	0,4	0,02
	2	0,51	87,13	1,06	0,26	7,51	0,36	0,01
	3	0,49	86,64	1,02	0,31	7,72	0,41	0,02
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	1,15	1,92	0,21	0,09	0,16	0,18	≤0,01
	2	1,09	1,83	0,19	0,1	0,15	0,16	≤0,01
	3	1,16	1,88	0,2	0,1	0,15	0,15	≤0,01
		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	0,81	75,95	4,75	0,5	11,97	2,26	0,03
Песок, Дальний Восток	2	0,79	75,83	4,81	0,44	12,16	2,31	0,01
	3	0,87	75,47	4,90	0,51	11,79	2,38	0,01
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	2,25	1,2	0,18	0,51	0,01	0,03	≤0,01
	2	2,21	1,17	0,15	0,52	0,01	0,05	≤0,01
	3	2,26	1,21	0,19	0,48	0,01	0,05	≤0,01
		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	1,43	93,85	0,86	0,69	1,82	0,06	0,19
	2	1,51	93,69	0,92	0,61	1,78	0,08	0,21
	3	1,47	93,81	0,89	0,59	1,86	0,06	0,2
Песок, Белгородская область		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,11	0,22	0,02	0,26	0,05	0,08	≤0,01
	2	0,15	0,24	0,02	0,26	0,04	0,07	≤0,01
	3	0,11	0,23	0,01	0,28	0,04	0,08	≤0,01
		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	1,43	93,85	0,86	0,69	1,82	0,06	0,19
	2	1,51	93,69	0,92	0,61	1,78	0,08	0,21
	3	1,47	93,81	0,89	0,59	1,86	0,06	0,2
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,11	0,22	0,02	0,26	0,05	0,08	≤0,01

* потери при прокаливании

1000°C в течение 3–7 мин. После охлаждения тигля спек растворяют в 10–15 мл соляной кислоты и переносят раствор в стакан вместимостью 50 мл.

Стакан погружают в нагретую до температуры 60–70°C водяную баню и выдерживают 10 мин. Затем прибавляют 10 мл раствора желатина, энергично перемешивают в течение 1 мин. Раствор фильтруют в теплом виде через фильтр «белая лента», количественно перенося осадок на фильтр и собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 мл. Доводят объем фильтрата в колбе до метки, используя дистиллированную воду.

Для проведения ИСП–АЭС анализа полученный фильтрат разбавляют дистиллированной водой таким образом, чтобы ожидаемая концентрация определяемых элементов в растворе находилась в диапазоне калибровочных кривых ИСП–АЭС спектрометра.

Полученный фильтр с осадком переносят во взвешенный платиновый тигель, озолотят без воспламенения, прокаливают в муфельной печи при температуре 1000°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В результате данной операции весовым методом определяют концентрацию оксида кремния, не растворившегося в результате сплавления с материалом-плавнем (метаборт лития). Полученное значение суммируют с результатом определения оксида кремния по методу ИСП–АЭС.

Данные, получаемые в результате анализа раствора (фильтрата) на спектрометре iCAP 7200 Duo, отражают содержание определяемых элементов, выраженное в концентрациях согласно калибровочным кривым. Для стандартов, примененных в данной работе и указанных в табл. 1, концентрация исследуемых элементов выражается в мг/л.

Расчет массовой концентрации оксида определяемого элемента X_i , %, вычисляют по формуле (1).

$$X_i = \left(\frac{\left(\frac{C_i \times Mr_{\text{оксид}}}{Mr_{\text{элемент}}} \right)}{C_{\text{раствор}}} \right) \times 100, \quad (1)$$

Таблица 5
Table 5

Химический состав образцов песка, определенный по методу ИСП–АЭС
The chemical composition of sand samples determined by the ICP–AES method

Тип или марка портландцемента	№ исп.	Содержание оксидов, мас. %						
Песок кварцевый, Якутия		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	86,81	0,98	0,31	7,72	0,41	0,02
	2	–	86,72	1,08	0,29	7,54	0,38	0,02
	3	–	87,1	1,03	0,3	7,63	0,42	0,02
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	1,12	1,82	0,22	0,09	0,16	0,15	≤0,01
	2	1,09	1,94	0,21	0,11	0,14	0,17	≤0,01
	3	1,16	1,86	0,2	0,1	0,13	0,17	≤0,01
		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
Песок, Дальний Восток	1	–	75,76	4,65	0,51	11,96	2,19	0,01
	2	–	75,89	4,78	0,46	12,12	2,26	0,01
	3	–	75,51	4,88	0,49	11,92	2,35	0,01
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	2,31	1,19	0,16	0,52	0,01	0,03	≤0,01
	2	2,24	1,17	0,18	0,49	0,01	0,02	≤0,01
	3	2,28	1,21	0,19	0,5	0,01	0,05	≤0,01
		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	93,81	0,84	0,68	1,85	0,06	0,2
Песок, Белгородская область	2	–	93,77	0,93	0,61	1,79	0,05	0,21
	3	–	93,85	0,88	0,6	1,83	0,05	0,2
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,1	0,21	0,02	0,26	0,03	0,07	≤0,01
	2	0,12	0,23	0,02	0,25	0,05	0,09	≤0,01
	3	0,14	0,2	0,01	0,26	0,05	0,08	≤0,01

Таблица 6
Table 6Химический состав образцов щебня определенных по методам химии растворов
The chemical composition of crushed stone samples determined by the methods of solution chemistry

Образец	№ исп.	Содержание оксидов, мас. %						
Щебень, диоритовый карьер		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	3,5	55,14	7,57	5,24	13,54	11	0,02
	2	3,44	55,39	7,71	5,19	13,62	10,91	0,02
	3	3,51	54,98	7,62	5,41	13,44	11,12	0,01
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	1,68	0,23	0,1	0,65	0,75	0,2	≤0,01
	2	1,59	0,19	0,09	0,61	0,69	0,18	≤0,01
	3	1,62	0,21	0,11	0,59	0,71	0,2	≤0,01
Щебень карбонатный, Якутия		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	42,58	2,15	53,56	0,6	0,6	0,3	0,11
	2	42,51	2,12	53,88	0,54	0,58	0,26	0,09
	3	42,49	2,22	53,56	0,61	0,61	0,32	0,1
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,08	0,07	0,12	0,12	0,09	0,05	≤0,01
	2	0,05	0,06	0,15	0,1	0,06	0,02	≤0,01
	3	0,05	0,09	0,13	0,09	0,07	0,03	≤0,01
Изверженные породы, Камчатка		ППП*	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	0,1	56,99	10,6	3,3	18,32	7,77	0,05
	2	0,08	56,63	10,74	3,51	18,51	7,61	0,05
	3	0,11	56,59	10,52	3,28	18,6	7,83	0,05
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	2,01	0,38	0,1	0,11	0,21	0,03	≤0,01
	2	2,1	0,41	0,12	0,13	0,19	0,07	≤0,01
	3	2,08	0,4	0,1	0,12	0,23	0,06	≤0,01

* потери при прокаливании.

где C_i – концентрация определяемого элемента, полученная в результате проведения эксперимента, мг/л; $C_{\text{раствор}}$ – концентрация исходной навески исследуемого материала в анализируемом растворе, мг/л; $Mr_{i \text{ оксид}}$ – молярная масса оксида определяемого элемента, г/моль; $Mr_{i \text{ элемент}}$ – молярная масса определяемого элемента, г/моль.

2. Результаты и обсуждение. Химический состав образцов исследуемых цементов, определенный по методам химии растворов, представлен в табл. 2.

Химический состав образцов исследуемых цементов, определенный по методу ИСП–АЭС, представлен в таблице 3.

Химический состав образцов песка, определенный по методам химии растворов, представлен в табл. 4.

Химический состав образцов песка, определенный по методу ИСП–АЭС, представлен в табл. 5.

Химический состав образцов щебня, определенный по методам химии растворов, представлен в табл. 6.

Химический состав образцов щебня, определенный по методу ИСП–АЭС, представлен в табл. 7.

Таким образом, было проведено 27 испытаний по определению химического состава исследуемых компонентов бетона с использованием методов химии растворов и 27 испытаний тех же самых компонентов бетона по методу ИСП–АЭС с использованием спектрометра iCAP 7200 Duo.

Результаты испытаний, полученные по методу химии растворов, возможно рассматривать как базовые для сравнения с результатами испытаний по рассматриваемому методу ИСП–АЭС.

Оценку сходимости результатов испытаний проводили путем сравнения среднеарифметических значений трех параллельных испытаний для каждого определяемого оксида во всех рассматриваемых компонентах бетона.

Параллельное сравнение результатов анализа методами химии растворов и метода ИСП–АЭС показало высокую сходимость результатов для всех

Таблица 7
Table 7

Химический состав образцов щебня определенный по методу ИСП–АЭС
The chemical composition of crushed stone samples determined by the ICP–AES method

Тип или марка портландцемента	№ исп.	Содержание оксидов, масс. %						
Щебень, диоритовый карьер		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	55,19	7,58	5,22	13,52	11,01	0,02
	2	–	55,31	7,69	5,17	13,65	10,96	0,01
	3	–	54,98	7,62	5,38	13,43	11,14	0,02
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	1,65	0,22	0,12	0,65	0,75	0,2	≤0,01
	2	1,58	0,19	0,09	0,62	0,72	0,19	≤0,01
	3	1,6	0,2	0,1	0,6	0,71	0,21	≤0,01
Щебень карбонатный, Якутия		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	2,1	53,54	0,6	0,59	0,32	0,1
	2	–	2,12	53,92	0,56	0,55	0,28	0,09
	3	–	2,18	53,58	0,61	0,61	0,3	0,1
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	0,07	0,07	0,11	0,1	0,10	0,05	≤0,01
	2	0,05	0,06	0,12	0,12	0,08	0,03	≤0,01
	3	0,06	0,09	0,15	0,09	0,07	0,03	≤0,01
Изверженные породы, Камчатка		–	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
	1	–	56,96	10,62	3,31	18,29	7,76	0,05
	2	–	56,68	10,71	3,48	18,45	7,61	0,04
	3	–	56,7	10,5	3,3	18,55	7,79	0,03
		Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	P ₂ O ₅	BaO
	1	2,01	0,35	0,09	0,13	0,19	0,05	≤0,01
	2	2,05	0,4	0,1	0,13	0,2	0,04	≤0,01
	3	2,06	0,38	0,1	0,1	0,21	0,05	≤0,01

исследуемых образцов. Абсолютное отклонение результатов по методу ИСП–АЭС по сравнению с результатами по методам химии растворов для оксидов каждого определяемого элемента не превышает величину 0,05%.

Достижение низкой величины отклонения результатов анализа по методу ИСП–АЭС по сравнению с результатами по методу химии растворов обусловлено оптимальной пробоподготовкой испытуемых образцов, которая позволяет обеспечить практически полное растворение рассматриваемой пробы, а также выбором оптимальных аналитических линий для каждого рассматриваемого элемента (табл. 1).

Заключение

На основании результатов выполненной экспериментальной работы можно сделать следующие выводы.

Метод ИСП–АЭС является современным, высокоточным и удобным способом определения химического состава различных материалов, включая такие компоненты бетона как цемент, песок и щебень.

Основным достоинством метода ИСП–АЭС применительно для определения химического состава материалов является высокая воспроизводимость получаемых данных и значительно меньшая зависимость от человеческого фактора при проведении испытания по сравнению с методами химии растворов.

Результаты определения химического состава компонентов бетона, полученные по методу ИСП–АЭС, были сопоставлены с результатами определения химического состава тех же самых компонентов методами химии растворов, изложенных в ГОСТ 5382–2019, ГОСТ 8269.1–88 и ГОСТ 8735–97. Абсолютное отклонение результатов по методу ИСП–АЭС по сравнению с результатами по методам химии растворов для оксидов каждого определяемого элемента не превышает величину 0,05%. Данный факт подтверждает высокую эффективность метода ИСП–АЭС применительно для определения химического состава компонентов бетона.

Список литературы / References

1. Hieftje G.M. Atomic emission spectroscopy – it lasts and lasts and lasts. *J. Chem. Educ.* 2000. Vol. 77, pp. 577–583.
2. Walsh J.N., Howie R.A. An evaluation of the performance of an inductively coupled plasma source spectrometer for the determination of the major and trace constituents of silicate rocks and minerals. *Mineralogical Mag.* 1980. Vol. 43, pp. 967–974.
3. Hieftje G.M. The future of plasma spectrochemical instrumentation. Plenary lecture. *Journal Anal. Atomic Spectrometry.* 1996. Vol. 11, pp. 613–621.
4. Jarvis I. Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry in exploration geochemistry. *Journal Geochem. Explor.* 1992. Vol. 44, pp. 139–200.
5. Schram D.C. Fundamental description of spectrochemical inductively coupled plasma. *Journal Anal. Atom. Spectrom.* 1996. Vol. 11, pp. 623–632.
6. Седых Э.М., Громяк И.Н., Лоренц К.А., Скрипник А.Я., Колотов В.П., Методический подход к анализу горных пород и метеоритов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // *Журнал аналитической химии.* 2019. Т. 74. № 4. С. 297–305.
6. Sedykh E.M., Gromyak I.N., Lorenz K.A., Skripnik A.Ya., Kolotov V.P., Methodical approach to the analysis of rocks and meteorites by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Zhurnal analiticheskoi khimii.* 2019. Vol. 74. No. 4, pp. 297–305. (In Russian).
7. Тихомирова Э.И., Гулько Н.И., Седых Э.М. Анализ горных пород методом атомно-эмиссионного спектрального анализа // *Журнал аналитической химии.* 1991. Т. 46. № 3. С. 578.
7. Tikhomirova E.I., Gulko N.I., Sedykh E.M. Analysis of rocks by atomic emission spectral analysis. *Zhurnal analiticheskoi khimii.* 1991. Vol. 46. No. 3, pp. 578. (In Russian).
8. Boumans P.W.J.M. The widths and shapes of about 350 prominent lines of 65 elements emitted by an inductively coupled plasma. *Spectrochim. Acta.* 1986. Vol. 41B, pp. 1235–1275.
9. Boumans P.W.J.M., DeBoer F.J. An experimental study of a 1 kW, 50 MHz RZ inductively coupled plasma with a pneumatic nebulizer, and a discussion of experimental evidence for a nonthermal mechanism. *Spectrochim. Acta.* 1977. Vol. 32B, pp. 365–395.
10. Becker J.S., Seifert G., Saprykin A.I., Dietze H.-J. Mass spectrometric and theoretical investigations into the formation of argon molecular ions in plasma mass spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.* 1996. Vol. 11, pp. 643–648.
11. Brenner I.B., Zander A.T. Axially and radially viewed inductively couple plasmas – a critical review. *Spectrochim. Acta.* 2000. Vol. 55B. Iss. 8, pp 1195–1240.
12. Steve J. Hill Inductively Coupled Plasma Spectrometry and its Applications. Second edition. Blackwell Publishing Ltd, 2007.
13. Gaillat A., Barnes R.M., Ploulx P., Boulos M.I. Computer simulation of enclosed inductively coupled plasma discharges Part 1. Monatomic. *Journal Anal. Atomic Spectrometry.* 1995. Vol. 10, pp. 935–940.
14. Gaillat A., Barnes R.M., Ploulx P., Boulos M.I. Computer simulation of enclosed inductively coupled plasma discharges Part 2. molecular gases. *Journal Anal. Atomic Spectrometry.* 1995. Vol. 10, pp. 941–946.
15. Томпсон М. Руководство по спектрометрическому анализу с индуктивно связанной плазмой. М.: Недра, 1988. 288 с.
15. Thompson M. Rukovodstvo po spektrometricheskomo analizu s induktivno svyazannoi plazmoi [Guide to spectrometric analysis with inductively coupled plasma]. Moscow: Nedra. 1988. 288 p.
16. Walsh J.N. The simultaneous determination of the major, minor and trace constituents of silicate rocks using inductively coupled plasma spectrometry. *Spectrochim. Acta.* 1979. Vol. 35B, pp. 107–111.
17. Chao T.T., Sanzalone R.T. Decomposition techniques. *Journal Geochem. Explor.* 1992. Vol. 44, pp. 65–106.
18. Suhr N.H., Ingamells C.O. Solution technique for analysis of silicates. *Anal. Chem.* 1966. Vol. 38, pp. 730–734.
19. Cremer M. Lithium metaborate decomposition of rocks, minerals and ores. J. Schlocker. *American Mineralogist.* 1976. Vol. 61, pp. 318–321.
20. Bernas B. A new method for decomposition and comprehensive analysis of silicates by atomic absorption spectrometry. *Anal. Chem.* 1968. Vol. 40, pp. 1682–1686.