

超声辅助盐酸提取-电感耦合等离子体发射光谱法测定焊接药剂中磷

刘攀^{1,2}, 李景滨¹, 张健豪¹, 张毅¹, 常国梁¹, 何鹏飞¹, 张斌彬¹, 张欣耀^{1,3}

1. 中国船舶集团公司第七二五研究所(洛阳船舶材料研究所), 河南 洛阳 471023
2. 国家新材料生产应用示范平台(先进海工与高技术船舶材料), 河南 洛阳 471023
3. 河南省船舶及海工装备结构材料技术与应用重点实验室, 河南 洛阳 471023

摘要 熔炼焊剂、烧结焊剂等焊接药剂由多种硅酸盐、碳酸盐、氧化物、氟化物、铁合金、金属粉等无机物及有机物经熔炼、烧结、粘结或混合制成, 在钢铁和镍基合金的熔化焊接过程中起到造渣、脱氧、造气、稳弧、合金化等作用, 广泛应用于船舶、海工、能源、冶金、化工、机械等行业领域。磷是焊接药剂及钢铁材料的有害元素, 引发冷脆, 降低熔敷金属和焊缝的力学性能。准确和快速地测定磷含量对焊接药剂的性能评价、质量控制等具有重要意义。研究了超声辅助盐酸提取-电感耦合等离子体发射光谱法测定焊接药剂中磷的方法, 并优化确定了射频功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子体气流量与分析谱线等仪器参数。确定的工作参数如下, 射频功率: 1.2 kW, 雾化气流量: 0.75 L·min⁻¹, 辅助气流量: 1.0 L·min⁻¹, 等离子体气流量: 12 L·min⁻¹, 选择 P 213.617 nm 为分析谱线。称取 0.5 g 试样, 于 20 mL 盐酸中超声浸取 30 min; 加入 2 mL 硝酸, 加热煮沸溶液, 冷却后定容至 100 mL, 干过滤取滤液待测。以 20 mL 盐酸和 2 mL 硝酸为基体配制系列校准曲线溶液, 线性相关系数大于 0.999 9。方法定量限为 0.001 2%。按实验方法测定磷含量为 0.003%~0.03% 的实际样品和标准样品, 测定结果与标准方法的测定值或标准样品的认定值相符, 相对标准偏差($n=6\sim 10$)不大于 8%, 加标回收率为 93%~110%。该方法快速准确、简便可行, 适用于焊接药剂中磷的快速检验。

关键词 焊接药剂; 磷; 电感耦合等离子体; 发射光谱法; 超声; 盐酸; 熔炼焊剂; 烧结焊剂; 埋弧焊焊剂

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2022)09-2824-06

引言

焊接药剂是重要的焊接功能材料, 在钢铁焊接中发挥造渣、脱氧、稳弧、合金化等作用^[1-2]。磷是焊材及钢材的有害元素, 易导致熔敷金属或焊缝产生组织缺陷, 引发冷脆, 降低焊接构件的强度和韧性等机械性能。准确快速测定焊接药剂中磷含量对船舶、能源、石化、机械等行业加强焊接药剂及焊接过程的质量控制具有重要的工程指导意义。现行焊接药剂中磷的分析方法^[1]主要有中国机械行业标准 JB/T 7948.6—2017《焊剂化学分析方法 第6部分: 磷含量测定》(钼蓝光度法)与中国金属学会推荐方法 CSM 05129401—2006《焊剂及熔渣 铁、铝、钙、镁、锰、磷、铬、钒、钛及其氧化物含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》和 CSM 05129501—2006《焊剂及熔渣 总钙、全铁及硅、锰、磷、镁、铝、钛、镍、铬、钒、铌、锆、钾、钠氧化物含量的测定 X-射

线荧光光谱法》。其中, CSM 05129401—2006 需对焊药残渣进行高温熔融, 周期长, 且易引入基体干扰及背景污染。

伴随现代生产节奏的加快, 焊接药剂生产方和使用方均迫切需求更加快速简便的磷含量测定方法。近年来, 超声辅助提取(萃取)技术在现代仪器分析方面得到了探索和应用^[3-7]。借鉴湿法磷酸工艺^[8], 引入超声辅助盐酸提取技术, 结合电感耦合等离子体发射光谱技术^[9-14], 优化和确定了射频功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子体气流量等仪器参数与分析谱线, 建立了超声辅助盐酸提取-电感耦合等离子体发射光谱法快速测定焊接药剂中磷的方法, 定量限、精密度、正确度和回收率均满足实际检验需求。

1 实验部分

1.1 仪器与设备

5110 SVDV 电感耦合等离子体发射光谱仪(安捷伦科技

收稿日期: 2021-08-08, 修订日期: 2022-02-15

基金项目: 国家新材料生产应用示范平台建设项目(TC180A6MR/2), 中船七二五所科技创新计划项目(LW190602)资助

作者简介: 刘攀, 1989年生, 中国船舶集团公司第七二五研究所工程师 e-mail: LIUPAN_LP@163.com

有限公司), 工作参数如下, 射频功率: 1.2 kW, 雾化气流量: $0.75 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 辅助气流量: $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 等离子体气流量: $12 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 载气: 氩气, 泵速: $12 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$, 稳定时间: 15 s, 读取时间: 5 s, 提升延时: 25 s, 观察方式: 轴向, 重复次数: 2, 分析谱线: P 213.618 nm, 背景校正方式: 拟合。电子天平($d=0.01 \text{ mg}$); 数控超声波清洗器; 石墨恒温电板。

1.2 材料与试剂

纯氩($\varphi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$)。盐酸($\rho 1.18 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$, GR)、硝酸($\rho 1.42 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$, GR)。磷储备溶液(GBW(E)080584, $1000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 山东省冶金科学研究院), 逐级稀释制备 1, 10 和 $2.5 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 磷标准溶液。实验用水为一级水。

标准样品: 碳素钢埋弧焊剂标准样品(中国石油天然气总公司焊接钢管研究所、中国标准化技术开发公司标样开发部): GSB33001—92, $w(\text{P}) = 0.024\% \pm 0.002\%$; GSB33003—92, $w(\text{P}) = 0.022\% \pm 0.002\%$ 。高炉渣化学分析用标准样品(钢铁研究总院分析研究所、钢研纳克检测技术有限公司): YSBC11801—2006, $w(\text{P}_2\text{O}_5) = 0.012\% \pm 0.001\%$; YSBC11802—2016, $w(\text{P}_2\text{O}_5) = 0.0074\% \pm 0.0005\%$ 。

校准溶液: 取 6 个 100 mL 容量瓶, 分别加入 0, 25, 50, 100, 250 和 $1000 \mu\text{g}$ 磷标准溶液和 20 mL 盐酸、2 mL 硝酸, 定容, 记作 P0#—P5#。样品质量按 0.5 g 计, 磷的质量分数

分别为 0, 0.005%, 0.010%, 0.020%, 0.050% 和 0.200%。

试样: 熔炼焊剂(705-ch)、烧结焊剂(CHF-105R, WF804, SJ208DR, SJ101DR)、焊条药皮。

1.3 方法

取 200 g 试样, 研磨粉碎全部过 $74 \mu\text{m}$ 筛网, $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 1 h。准确称取 0.5 g 干燥后的试样于锥形瓶中, 加入 20 mL 盐酸, 适时用玻璃棒搅拌以避免粉末板结。移入超声波清洗器, $50 \text{ }^\circ\text{C}$ 水浴超声振荡 30 min。加入 2 mL 硝酸, 于 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 加热煮沸, 冷却后定容至 100 mL, 干过滤, 取滤液待测。在设定的工作参数下, 依次测定系列校准溶液和待测试液, 拟合校准曲线, 根据光谱强度与样品质量, 得出试样中磷的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 试样处理

盐酸、硝酸及硫酸是无机分析常用消解酸。鉴于硫酸密度和粘度大, 影响提升率, 易引起物理干扰, 而硝酸易分解氮氧化物, 危害职业健康及环保, 故优先考虑盐酸提取的可行性。文献[8]指出盐酸过量一倍、酸浸时间为 30 min 时, 磷矿粉的酸解率大于 96%, 为盐酸提取法提供了依据。JB/T 7948.6—2017 方法一推荐如下盐酸提取法: 称取 0.25 或 0.50 g 焊剂粉末, 加入 20 mL 盐酸低温提取 30 min, 加入 2

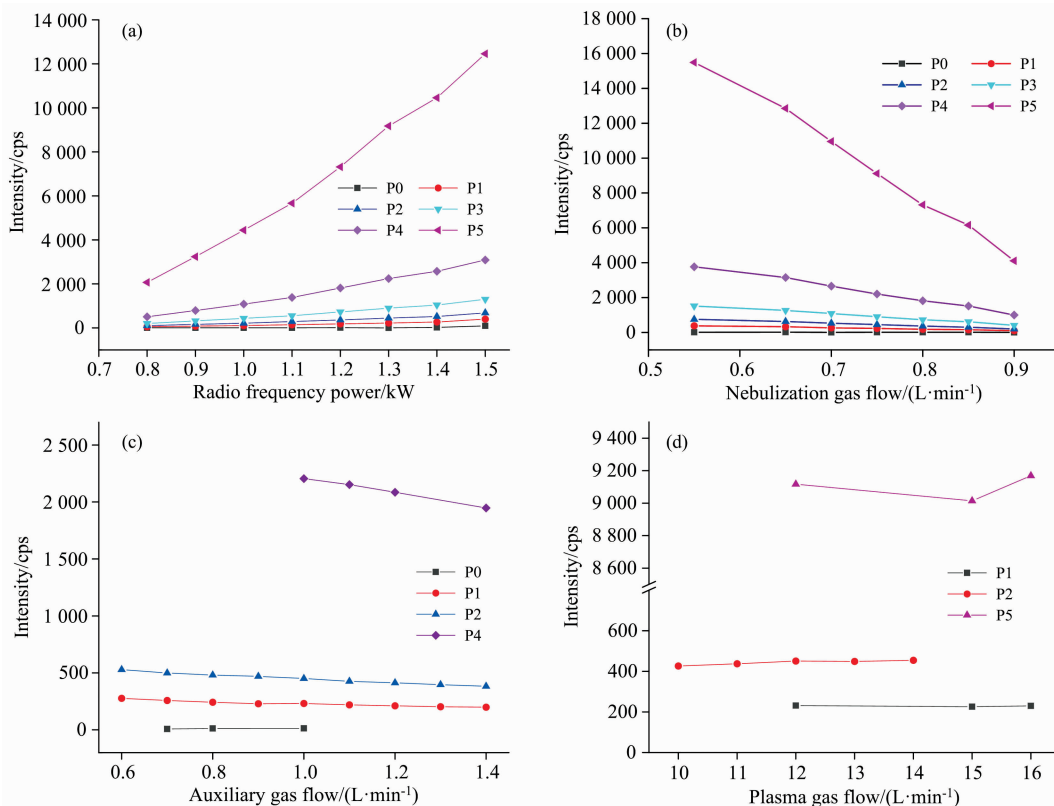


图 1 仪器参数对光谱强度的影响

(a): 射频功率; (b): 雾化气流量; (c): 辅助气流量; (d): 等离子体气流量

Fig. 1 Effect of spectral parameters on intensity

(a): Radio frequency power; (b): Nebulization gas flow; (c): Auxiliary gas flow; (d) Plasma gas flow

mL 硝酸煮沸过滤。试验发现,粉末样品易在瓶底板结,或存在包裹和夹杂风险。为促进固液相的充分混合、交换和反应,减少固相包夹,引入超声辅助,确定提取方案为 0.5 g 样品,20 mL 盐酸,超声震荡 30 min。

2.2 仪器参数

射频功率、辅助气和等离子体气流量是影响等离子体温度分布的主要因素^[15],决定了元素能否完全激发和电离,雾化气流量影响试液雾化效率及气溶胶停留时间^[9]。按 1.1 节设定参数,采用控制变量法,以被研究参数作自变量考察对光谱强度的影响,结果见图 1。注:射频功率优化试验时的雾化气流量为 $0.8 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

试验发现,射频功率为 0.7 kW 时,等离子体易熄灭。由图 1(a),光谱强度随射频功率的增加而近似线性增加。鉴于高射频功率将造成高温区域增大,易软化矩管,且增加能耗^[15],故推荐射频功率取中间值(1.2 kW)。由图 1(b),光

谱强度随雾化气流量的增加而近似线性下降,综合雾化效率,推荐雾化气流量取 $0.70 \sim 0.80 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。由图 1(c)和图 1(d),辅助气流量和等离子体气流量对光谱强度的影响不显著,使用仪器默认值,即辅助气流量为 $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,等离子体气流量为 $12 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

2.3 分析谱线

磷的分析谱线主要有 213.618, 214.914, 178.222 和 $177.434 \text{ nm}^{[16]}$ 。焊接药剂主要由硅、铝、钙、锰、镁、钾、钠、铁、钛、锆、钡、锶、硼等元素的复杂氧化物、硅铝酸盐、碳酸盐、氟化物、铁合金及金属粉经熔炼、烧结或粘结制成^[17],罕有铜、钨元素,偶见镍元素,结合表 1 信息,推荐分析谱线为 P 213.618 nm。在超声辅助盐酸提取条件下,焊接药剂除少量酸溶析出外,基体成分以不溶残渣的形态被过滤去除而大幅降低了光谱干扰,典型谱图见图 2。

表 1 磷的分析谱线

Table 1 Analytical lines of phosphorus

波长/nm	强度	干扰元素	备注
213.618	1 550.9	Cu 213.598 nm, W 213.639 nm, Mo 213.606 nm	—
214.914	504.1	Ni 214.780 nm, W 214.917 nm, Fe 214.919 nm	—
178.222	285.7	—	紫外区,需惰性气体高速吹扫
177.434	436.5	Ni 177.341 nm	紫外区,需惰性气体高速吹扫

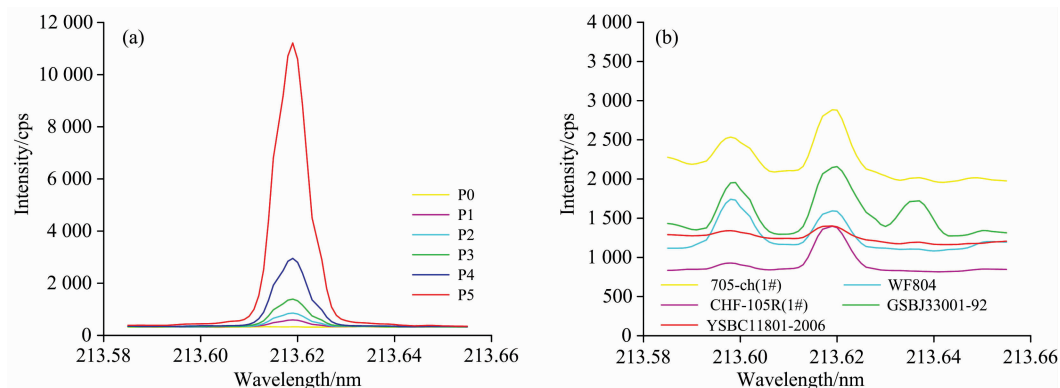


图 2 校准溶液(a)和实际样品(b)的典型谱图

Fig. 2 Typical analytical spectrum of calibration solution (a) and actual sample solution (b)

2.4 校准曲线与检出限和定量限

按实验方法测定系列校准溶液,以光谱强度(I/cps)为纵坐标、以质量分数($w/\%$)为横坐标绘制校准曲线,拟合方程为 $I=45\ 404w+13.22$,相关系数为 0.999 9。按实验方法平行测定空白试液 12 次,平均值为 0.000 03%,标准差为 0.000 12%,以空白标准差的 3 倍和 10 倍分别计算检出限和定量限,结果为 0.000 4%和 0.001 2%。

2.5 精密度与正确度

按实验方法测定焊接药剂实际样品和标准样品,结果见

表 2。测定结果与中国金属学会推荐方法的测定值或标准样品的认定值相符合,相对标准偏差(RSD, $n=6 \sim 10$)均不大于 8%,偏倚显著小于 JB/T 7948.6—2017 规定的允许差(0.005%)。

2.6 加标回收率

移取 705-ch(1#, 2#), CHF-105R(1#), WF804 和 GSBJ33003—92, YSBC11801—2006, YSBC11802—2006 试液 10.00 mL,各加入 $5 \mu\text{g}$ 磷标准溶液,进行加标回收试验,结果见表 3,回收率介于 93%~110%。

表 2 焊接药剂实际样品和标准样品中磷的测定结果

Table 2 Determination results of phosphorus in actual sample and certified reference materials of welding fluxes

编号	测定值/(n=6~10)	平均值 /%	RSD /%	参考值 /%	偏倚 /%
WF804	0.012 3, 0.012 8, 0.012 4, 0.012 0, 0.012 2, 0.012 4, 0.012 8, 0.012 7, 0.013 0, 0.012 8	0.012 5	2.6	0.012 ^a	0.000
CHF-105R(1 [#])	0.014 7, 0.014 0, 0.014 5, 0.014 7, 0.014 3, 0.014 4, 0.014 3, 0.014 4, 0.014 8, 0.014 8	0.014 5	1.8	0.014 ^a	0.000
705-ch(1 [#])	0.021 1, 0.021 2, 0.022 2, 0.020 3, 0.020 5, 0.020 4, 0.020 5, 0.020 5, 0.019 9, 0.020 5	0.020 7	3.1	0.020 ^a	+0.001
705-ch(2 [#])	0.012 8, 0.012 3, 0.011 7, 0.011 3, 0.013 0, 0.012 1, 0.012 7, 0.012 9, 0.012 5, 0.012 9	0.012 4	4.6	0.011 ^a	+0.001
焊条药皮 8080	0.002 8, 0.002 5, 0.002 8, 0.002 5, 0.002 6, 0.003 0, 0.002 6, 0.003 1, 0.003 0, 0.002 8	0.002 8	7.1	0.003 1 ^a	-0.000 3
705-ch(7 [#])	0.011 4, 0.011 0, 0.010 9, 0.011 7, 0.011 0, 0.012 0, 0.012 0, 0.012 6, 0.011 9, 0.012 1	0.011 7	4.9	0.010 ^a	+0.002
705-ch(4 [#])	0.016 1, 0.017 2, 0.015 6, 0.016 8, 0.017 3, 0.017 2, 0.017 3, 0.018 0, 0.014 9, 0.018 9	0.016 9	6.8	0.016 ^a	+0.001
705-ch(6 [#])	0.016 0, 0.016 9, 0.016 4, 0.015 6, 0.015 8, 0.016 7, 0.015 9, 0.016 4, 0.016 9, 0.014 7	0.016 1	4.2	0.018 ^a	-0.002
CHF-105R(2 [#])	0.013 8, 0.013 8, 0.013 8, 0.013 9, 0.013 8, 0.013 9, 0.014 2, 0.013 6, 0.014 2, 0.014 2	0.013 9	1.5	0.015 ^a	-0.001
SJ208DR	0.004 8, 0.005 0, 0.004 9, 0.004 6, 0.004 8, 0.004 7, 0.005 1, 0.004 9, 0.005 0, 0.004 8	0.004 9	3.1	0.003 2 ^a	+0.001 7
SJ101DR	0.025 6, 0.025 8, 0.025 5, 0.026 1, 0.026 0, 0.025 5, 0.025 8, 0.025 9, 0.025 9, 0.025 6	0.025 8	0.8	0.028 ^a	-0.002
G SBJ33003—92	0.022 1, 0.021 6, 0.021 5, 0.021 4, 0.021 2, 0.022 0, 0.021 5, 0.021 8, 0.021 8, 0.022 1	0.021 7	1.4	0.022 ^b	0.000
G SBJ33001—92	0.023 2, 0.023 0, 0.023 1, 0.022 7, 0.023 0, 0.022 8, 0.022 8, 0.022 7	0.022 9	0.8	0.024 ^b	-0.001
YSBC11801—2006	0.005 0, 0.005 1, 0.004 7, 0.005 0, 0.004 6, 0.005 0	0.004 9	4.1	0.005 2 ^b	-0.000 3
YSBC11802—2006	0.002 8, 0.002 6, 0.002 8, 0.003 0, 0.002 6, 0.002 8	0.002 8	5.4	0.003 2 ^b	-0.000 4

注：^a 参考 CSM05129401—2006 测定值；^b 标准样品认定值

表 3 回收率试验结果

Table 3 Recovery rate test results

编号	本底量/ μg	加标量/ μg	测得总量/ μg	回收量/ μg	回收率/%
705-ch(1 [#])	10.86	5.00	15.83, 16.13, 15.75, 15.83	4.97, 5.27, 4.89, 4.97	99.4, 105.4, 97.9, 99.4
705-ch(2 [#])	6.38	5.00	11.25, 11.48, 11.33, 11.40	4.87, 5.09, 4.94, 5.02	97.3, 101.8, 98.8, 100.3
CHF-105R(1 [#])	7.36	5.00	12.60, 12.60, 12.83, 12.53	5.24, 5.24, 5.46, 5.16	104.7, 104.7, 109.2, 103.2
WF804	6.44	5.00	11.85, 11.63, 11.48, 11.48	5.41, 5.18, 5.03, 5.03	108.1, 103.6, 100.6, 100.6
G SBJ33003—92	10.87	5.00	16.35, 16.20, 16.35, 16.28	5.48, 5.33, 5.48, 5.40	109.6, 106.6, 109.6, 108.1
YSBC11801—2006	2.44	5.00	7.65, 7.58, 7.50, 7.65	5.21, 5.14, 5.06, 5.21	104.2, 102.7, 101.2, 104.2
YSBC11802—2006	2.09	5.00	6.75, 6.83, 7.05, 6.90	4.66, 4.73, 4.96, 4.81	93.2, 94.7, 99.2, 96.2

3 结 论

基于超声辅助盐酸提取技术建立了电感耦合等离子体发射光谱法快速测定焊接药剂中磷含量的方法，考察了射频功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子体气流量及分析谱线对测定结果的影响，开展了校准曲线线性关系、空白试验、精密度试验、回收率试验、标准方法比对或标准物质验证等方法学评价。方法的定量限为 0.001 2%，实际样品测定结果

的相对标准偏差(n=6~10)不大于 8%，加标回收率为 93%~110%，为焊接药剂产品的科研、生产和使用过程的快速检验提供了新选项。

鉴于焊接药剂及炉渣基体成分的复杂性和产品的多样性，未来将进一步推进该方法测定各种型号、牌号的熔炼焊剂、烧结焊剂、焊条药皮、药芯焊丝药粉中磷的方法验证和应用，并探索超声辅助提取技术测定地质样品及耐火材料中磷的适用性。

References

- [1] LIU Pan, CHANG Guo-liang, ZHANG Xin-yao, et al(刘攀, 常国梁, 张欣耀, 等). Metallurgical Analysis(冶金分析), 2020, 40(11): 8.
- [2] LIU Pan, TANG Wei(刘攀, 唐伟). Metallurgical Analysis(冶金分析), 2017, 37(11): 64.
- [3] Elik A, Karakoy T, Cilesiz Y, et al. Journal of Iranian Chemical Society, 2021, 18: 117.
- [4] Floriatan Santos Costa, Raquel Viana Pinto Leal, Clissiane Soares Viana Pacheco, et al. Analytical Methods, 2020, 12(19): 2509.
- [5] Ahmad Hilal, Zhao Lihua, Liu Changkun, et al. Food Chemistry, 2021, 338: 128028.
- [6] Costa Vinicius Camara, Nascimento Guedes Wesley, de Santana Santos Antonio, et al. Food Analytical Methods, 2018, 11(7): 2004.
- [7] ZHANG Fei, HUA Xia, YOU Fan, et al(张飞, 华夏, 游钊, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2021, 41(7): 2279.
- [8] WANG Zhang-lu, LIU Dai-jun, WU Yang, et al(王章露, 刘代俊, 伍洋, 等). Sulphur Phosphorus & Bulk Materials Handling Related Engineering(硫磷设计与粉体工程), 2013, (4): 6.
- [9] LIU Pan, LI Zhi-ya, DU Mi-fang, et al(刘攀, 李治亚, 杜米芳, 等). China Measurement & Test(中国测试), 2021, 47(1): 76, 95.
- [10] LIU Pan, GAO Guo-lin, LI Zhi-ya, et al(刘攀, 高国林, 李治亚, 等). China Measurement & Test(中国测试), 2021, 47(8): 65, 76.
- [11] Donati George L, Amais Renata S, Williams Charles B. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2017, 32(7): 1283.
- [12] Ohls Knut, Bogdajn Bernhard. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2016, 31(1): 22.
- [13] Silva F L, Duarte T A, Melo L S, et al. Talanta, 2016, 146: 188.
- [14] Yakubenko E V, Tolmachyeva O V, Chernikova I I, et al. Inorganic Materials, 2019, 54(14): 1392.
- [15] JIN Xing, DUAN Fa-xin, ZHANG Jing-jing, et al(金星, 段发鑫, 张晶晶, 等). Journal of Chinese Mass Spectrometry Society(质谱学报), 2018, 39(2): 192.
- [16] LIU Pan, LI Li-ping, ZHANG Bin-bin, et al(刘攀, 李利平, 张斌彬, 等). Electroplating & Finishing(电镀与涂饰), 2021, 40(4): 313.
- [17] LIU Pan, LI Jing-bin, HE Peng-fei, et al(刘攀, 李景滨, 何鹏飞, 等). Metallurgical Analysis(冶金分析), 2021, 41(7): 1.

Determination of Phosphorus in Welding Flux by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry With Ultrasonic Assisted Hydrochloric Acid Extraction

LIU Pan^{1,2}, LI Jing-bin¹, ZHANG Jian-hao¹, ZHANG Yi¹, CHANG Guo-liang¹, HE Peng-fei¹, ZHANG Bin-bin¹, ZHANG Xin-yao^{1,3}

1. Luoyang Ship Material Research Institute, Luoyang 471023, China

2. National New Material Production and Application Demonstration Platform (Advanced Marine Engineering and High-tech Ship Materials), Luoyang 471023, China

3. Henan Key Laboratory of Technology and Application of Structural Materials for Ship and Marine Equipment, Luoyang 471023, China

Abstract Welding flux, such as fused and agglomerated flux, are composed of various inorganic and organic minerals such as silicates, carbonates, oxides, fluorides, iron alloys and metal powder. They are prepared by smelting, sintering, binding or mixing. Welding flux would play an important role in slagging, deoxidation, gas making, arc stabilization and alloying in the fusion welding of steel and nickel-based alloys. They have been widely used in the engineering fields, including shipbuilding, ocean engineering, energy, metallurgy, chemical, and machinery. Phosphorus is a trace and harmful impurity element in iron, steel and nickel-based alloy materials, which could reduce the mechanical properties of materials by causing embrittlement and micro-cracks in deposited metals and welded seams. The accurate and rapid determination of phosphorus in welding flux is significant to performance evaluation and quality control. Working conditions for determining phosphorus in welding flux by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with ultrasonic-assisted hydrochloric acid were optimized, such as radio frequency power, gas flows of atomization, auxiliary and plasma, and analysis line. The optimized operating parameters were obtained below: The radio frequency power was set to 1.2 kW, and the gas flows of atomization, auxiliary and plasma were set to 0.75, 1.0 and 12 L · min⁻¹, respectively. P 213.617 nm was selected as the analysis line. The sample suspension was

prepared with a 0.5 g welding flux sample in 20 mL hydrochloric acid with ultrasonic-assisted extraction for 30 min and was heated to boiling with 2 mL nitric acid. After cooling, the volume of suspension was adjusted to 100 mL by pure water. Then the suspension was dry filtered, and the filtrate was used for measurement. A series of solutions for developing a calibration curve was prepared with 20 mL hydrochloric acid and 2 mL nitric acid as the matrix. The linear correlation coefficient of the calibration curve was 0.999 9, and the quantification limit was 0.0012%. The actual sample and certified reference materials of welding fluxes with phosphorus between 0.003% to 0.03% were determined, and the results were consistent with the certified or obtained the standard. The relative standard deviations ($n = 6 \sim 10$) of determination results were less than 8%, and the recoveries were between 93% to 110%. The proposed method has the advantages of accuracy, fast and convenience. It is suitable for the rapid inspection of phosphorus in welding fluxes.

Keywords Wlding flux; Posphorus; Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; Ultrasonic; Hdrochloric acid; Fsed flux; Agglomerated flux; Ac welding flux

(Received Aug. 8, 2021; accepted Feb. 15, 2022)

本刊声明

近期以来, 一些不法分子假冒《光谱学与光谱分析》期刊社名义, 以虚假网站等形式欺骗广大作者、读者。这些虚假网站公然假冒《光谱学与光谱分析》期刊名义进行大肆的征稿并骗取作者的审稿费和版面费。经部分作者及读者举报, 现有关部门已就此介入调查。本刊将通过法律途径向假冒者追究相应的责任, 维护本刊权益。

本刊官方网站已正式开通, 网址为

<http://www.gpxygpx.com/>

在此郑重声明, 本网站为《光谱学与光谱分析》期刊唯一开通运行的官方网站。本刊从未授权任何单位或个人以任何形式(包括网上网下)代理本刊征稿、审稿等项业务。

希望广大读者和作者切实维护好自身的合法权益, 防止受骗上当。

《光谱学与光谱分析》期刊社

2019年3月15日