

引用格式:陈娜,任楠,金婷婷. ICP-OES法测定磷铁中硅、锰、钛、钒、铬元素[J]. 中国有色冶金, 2024, 53(2): 93-99.

CHEN Na, REN Nan, JIN Tingting. Determination of silicon, manganese, titanium, vanadium, and chromium in phosphorus iron by ICP-OES[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2024, 53(2): 93-99.

ICP-OES法测定磷铁中硅、锰、钛、钒、铬元素

陈娜,任楠,金婷婷

(云南省有色地质局地质地球物理化学勘查院测试中心, 云南昆明 650216)

[摘要] 针对目前电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定磷铁样品杂质元素含量存在的样品溶解问题,本文采用氢氧化钠+碳酸钠对被检测磷铁进行一次熔样,然后使用电感耦合等离子体发射光谱仪对样品中的硅、锰、钛、钒、铬进行测定。测定结果表明,本文测定各元素检出限为0.0016%~0.0080%,测定下限为0.0064%~0.032%,结果与标准样品各元素含量相对误差RE均小于5%,加标回收率为95.1%~102.4%,相对标准偏差小于5%,且三个实际样品RSD均小于5%,故表明此方法精密度及准确度良好,能够满足检测要求。该方法克服了磷铁样品难溶解的特点,并在短时间内获得理想检测结果,而且测定结果具有很高稳定性、精密度和准确度。本试验方法具有可重复性,流程短、成本低,适用于大批量样品的快速分析,可成为检测磷铁产品的一种更简单、快速、经济的重要手段。

[关键词] 磷铁;电感耦合等离子体发射光谱法;样品溶解;硅、锰、钛、钒、铬;短流程检测;低成本分析

[中图分类号] TF03

[文献标志码] A

[文章编号] 1672-6103(2024)02-0093-07

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2024.02.012

磷铁是一种重要的冶金原材料,广泛应用于钢铁、合金等领域,在钢铁生产中扮演着重要角色。磷铁中的硅、锰、钛、钒、铬等元素含量对其质量和应用性能具有显著影响。例如,过高的硅含量会降低磷铁的还原性和磷还原率,从而影响钢铁的成分和性能;过高的锰含量会导致钢铁的加工硬化性能变差,降低钢铁的韧性和塑性等。因此,为确保磷铁产品的质量和性能,需要对其中的元素含量进行精确测定和控制。目前,磷铁中元素含量的分析方法主要有化学分析法、X射线荧光光谱分析法、电化学分析法、电感耦合等离子体发射光谱法等。化学分析法通常采用重量法及比色法,对多种元素的测定需要采用多次分离的前处理操作,操作繁琐、耗时、成本高,文献[1]表明磷铁中高含量磷、铁对硅和钛的测定干扰难以消除;X射线荧光光谱分析法^[2]则具有快速、准确等优点,但仪器昂贵,操作难度较大;电化学分析法^[3-4]则有着电极污染、稳定性差等缺点。

与上述方法相比,电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)具有灵敏度高、分析范围广、精度高、样品前处理简单等优点。文献[5-12]均采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)对磷铁样品进行测定。文献[5]先采用HCL+HNO₃+HF+HClO₄酸溶再用铂金坩埚灰化加入熔剂碱熔的方式进行磷铁样品的分解,流程长,操作较繁琐,成本较高。文献[6-9]采用酸溶法分解样品,样品溶解时氢氟酸的加入易增加腐蚀仪器零部件的风险,其中文献[8-9]对磷铁的分解需配备微波消解仪,并对微波消解仪的操作有一定的要求。文献[10]只进行了单元素钒的研究,不能同时测定磷铁中的硅、锰、钛、钒、铬元素含量。文献[11]为行业标准,采用碱熔法同时测定磷铁中磷、锰、硅、钛、钒、铬,但此方法中样品熔剂比例及酸化过程与本文方法不同,标准方法中加入了过多的碳酸钠熔剂易导致样品酸化时喷溅,酸化加入盐酸、硝酸、硫酸三酸,采用B元素为内标进行测定。B(208.959 nm)在电感耦合等离子体发射光谱仪中灵敏度较低,不宜作为内标使用,B(249.77 nm)灵敏度稍好,但受Fe(249.78 nm)

[收稿日期] 2023-11-20

[第一作者] 陈娜(1988—),女,云南昆明人,本科,工程师,从事试验测试工作。

干扰严重,而磷铁样品中含大量铁元素。文献[12]同样采用碱熔法测定磷铁中锰、钛、硅、磷,此方法采用熔剂及酸化过程与本文章方法不同,熔剂采用过氧化钠较多,于800℃马弗炉中对坩埚造成腐蚀较大,会对试验造成一定干扰。

本研究旨在使用ICP-OES方法对磷铁样品一次熔样,同时对硅、锰、钛、钒、铬元素进行连续测定,为磷铁分析提供一种更简单、快速、可靠、成本更低廉的分析手段。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

试验仪器主要有电感耦合等离子体发射光谱仪(PerkinElmer ICP-OES AVIO500);电子天平(0.0001g);实验室超纯水机;镍坩埚(30 mL);马弗炉(1000℃);聚四氟乙烯器皿若干。电感耦合等离子体发射光谱仪(PerkinElmer ICP-OES Optima 5300 DV)工作参数见表1。

表1 ICP-OES工作参数

Table 1 ICP-OES operating parameters

参数	设计值
功率/W	1300
雾化器流速/(mL·min ⁻¹)	1.30
等离子体气流量/(L·min ⁻¹)	12.0
辅助气流量/(L·min ⁻¹)	0.30
载气流量/(L·min ⁻¹)	0.6

试剂主要包含氢氧化钠(GR)、无水碳酸钠(GR)、盐酸(GR);清洗采用实验室级超纯水,电阻率18.25 MΩ·cm;标准物质有Si、Mn、Ti、V、Cr标准储备液,浓度为1000 mg/L;内标溶液为In标准储备液,浓度为1000 mg/L。

1.2 试验步骤

1.2.1 样品预处理

精确称取0.2 g(精度为0.0001 g)样品,并将其放入已用超纯水清洗并烘干的镍坩埚(容量为30 mL)中。在样品中加入3 g氢氧化钠,混合搅拌均匀。向混合物中添加1 g无水碳酸钠,并均匀铺盖在混合物表面。将坩埚放入高温马弗炉中,熔融20 min,温度为720℃。当坩埚内熔融物呈红棕色液体且无渣时,取出坩埚。如果需要,可以再增加3~5 min的熔融时间,但不宜过长,以免导致坩埚渗

漏。将取出的坩埚稍微冷却后,放入聚四氟乙烯烧杯中。向烧杯中加入100 mL已烧开的热水,浸没坩埚,以溶解坩埚中的熔块。待剧烈反应缓和后,加入20 mL(1+1)盐酸溶液酸化。当熔融物不易脱离坩埚时,适当加热进行反应,使熔融物完全脱离坩埚。洗净坩埚,洗液合并于烧杯内待测液体中,等溶液冷却后,将其定容至250 mL聚四氟乙烯容量瓶中。取5 mL上述溶液,加入5 mL(1+1)盐酸,并定容至50 mL聚四氟乙烯比色管中,待测。

1.2.2 标准曲线

分别准确移取Si、Mn、Ti、V、Cr标准储备液(1000 mg/L)10 mL于100 mL聚四氟乙烯容量瓶中,得溶液浓度为100 mg/L的混合标准溶液中间液,介质为5% HCL。利用Si、Mn、Ti、V、Cr标准储备液(1000 mg/L)及混合标准溶液中间液(100 mg/L)配置浓度分别为0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L混合标准工作溶液,介质与样品待测液保持一致。

1.2.3 测试

以In溶液(约10 mg/L)为内标,绘制0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L 5个元素标准曲线。依次测试空白样品7个,国家标准样品GBW01429、YSBC28661—2018、未知样品3个,每个样品包含6个平行样,进行测定。

1.3 试验原理

样品与碱性熔剂熔融,熔融物经酸溶解后注入电感耦合等离子体发射光谱仪,目标元素在等离子炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线。在一定浓度范围内,其特征谱线的强度与元素的浓度呈正比。

2 结果讨论

2.1 坩埚及试剂的选择

本方法中采用镍坩埚进行试验,除镍坩埚外银坩埚也在本试验中有较好表现,但本着降低检测成本的原则,本试验宜采用镍坩埚(银坩埚在高温马弗炉中温度不宜超过750℃,否则极易发生渗漏)。文献[11-12]在800℃下溶解样品对镍坩埚损耗较大,镍坩埚易发生氧化及镍脱落现象,从而造成溶液不清亮,存在较多杂质,且溶液中大量镍离子易对元素的测定产生一定干扰,故本试验中温度控制在720℃。

本试验使用氢氧化钠和碳酸钠作为熔剂。通过试验比较,发现过氧化钠也可用于磷铁的熔融,但过氧化钠具有较强的氧化性,易导致镍坩埚渗漏及损耗,需要频繁更换坩埚。此外,过氧化钠的纯度较低,含有少量硅,易对试验产生外源性试剂污染。因此,选择经过试剂空白试验的氢氧化钠和碳酸钠作为最佳熔剂。在本试验中碳酸钠除作为熔剂分解样品外,也有助于浸取时坩埚中脱落的熔融物;在浸取过程中产生大量的二氧化碳,使熔融物更容易脱离坩埚壁,并溶于水中。但碳酸钠不宜加入过多,过多的碳酸钠易在浸取中产生大量气泡使溶液溢出,在浸取时需少量多次加入(1+1)盐酸进行酸化。

2.2 谱线选择及干扰

试验中,各元素采用多条波长谱线进行对比,从稳定性、灵敏度、受干扰程度来考虑,各元素波长谱线选择及观测方式见表2。

表2 各元素波长谱线选择

Table 2 Wavelength line selection for each element

元素	最佳波长/nm	辅助波长/nm	观测方式
Si	251.611	212.412, 288.158	轴向
Mn	257.61	259.372	轴向
Ti	337.279	334.94	轴向
V	290.88	292.042	轴向
Cr	357.869	284.325	轴向
In(内标)	230.606	325.609, 303.936	轴向

在本试验中,由于磷铁中硅、锰、钛、钒和铬的含量较低,且五种元素在各自波长下灵敏度相对不高,

表4 标准物质 YSBC28661—2018 不同稀释倍数对测定值的影响

Table 4 Effect of different dilution factors of the reference material YSBC28661—2018 on the measured values

抽液体积/mL	定容体积/ mL	各元素测定值/%	内标回收 率/%	内标浓度/ (mg·L ⁻¹)
1.00	50	Cr 0.136; Mn 0.150; V 0.212; Ti 0.540; Si 0.055	99.70%	10
5.00	50	Cr 0.167; Mn 0.157; V 0.217; Ti 0.543; Si 0.068	90.10%	10
10.00	50	Cr 0.177; Mn 0.164; V 0.229; Ti 0.556; Si 0.075	82.30%	10
原液 Dope	50	Cr 0.196; Mn 0.175; V 0.255; Ti 0.587; Si 0.092	64.30%	10
YSBC28661—2018 推荐值 Recommended value	—	Cr 0.164; Mn 0.158; V 0.210; Ti 0.541; Si 0.068	—	—

2.3 方法检出限及测定下限

此方法线性范围较宽,且各元素相关系数 R 值

故均采用轴向观测方式进行测定。

文献[11-12]在标准曲线中加入铁基体溶液来消除铁的干扰,经试验发现磷铁样品中高含量磷和铁对样品中 Si、Mn、Ti、V、Cr 的测定无明显干扰,但当样品中 Mn 含量小于 1% 时,受 Fe 259.372 nm 谱线重叠干扰,使 Mn 259.372 nm 谱线测试值偏高,故不采用此条谱线,试验结果见表 3。此外,使用镍坩埚后镍离子大量溶于溶液中,镍谱线为 231.604 nm、221.648 nm、232.003 nm、341.476 nm、227.022 nm,在此试验中对 Si、Mn、Ti、V、Cr 的干扰不明显,可忽略不计。溶剂中钠盐基体对试样的测定存在较大干扰,故采取稀释方式大大降低钠盐浓度,并且采用 In 内标溶液进行内标校正,In 230.606 nm 谱线强度适中,其谱线对磷铁中目标检测元素无明显干扰,可有效减少钠盐基体干扰,对稀释倍数及 In 内标浓度进行一系列试验,试验结果表明,抽取 5 mL 溶液定容于 50 mL 容量瓶中可有效降低基体干扰且不因目标元素浓度过低而削弱稳定性,试验结果见表 4。

表3 不同含量 Mn 的两条谱线测定值对比

Table 3 Comparison of two spectral line measurements with different contents of Mn

样品	Mn		Mn 推 荐值/%
	257.610 nm/%	259.372 nm/%	
YSBC28661—2018	0.157	0.200	0.158
GBW01429	0.463	0.533	0.470
样品 1	0.659	0.720	—
样品 2	1.279	1.330	—
样品 3	3.426	3.450	—

较好,均在 0.999 以上,对空白样进行 7 次测试得到检出限与检出下限,结果见表 5。

表5 检出限、测定下限、校准曲线相关系数

Table 5 Detection limit, determination limit, calibration curve correlation coefficient

元素	Cr	Mn	V	Ti	Si
检出限/%	0.002 5	0.002 0	0.001 6	0.002 0	0.008 0
测定下限/%	0.010 0	0.008 0	0.006 4	0.008 0	0.032 0
相关系数(R)	0.999 8	0.999 9	0.999 7	0.999 8	0.999 7

2.4 精密度及准确度

分别对有证标准物质 YSBC28661—2018、GBW01429 及三个实际样品进行 6 次平行测试,对试验精密度及准确度进行评价,结果分别见表 6 和表 7。

上述数据表明,采用本方法对磷铁中的硅、锰、钛、钒、铬元素进行测定,有证标准样品各元素相

表6 标准物质精密度及准确度评价表

Table 6 Reference Standard Precision and Accuracy Evaluation Table

样品	元素	测定值/%						平均值/ %	RSD/ %	加标回 收率/%	推荐 值/%	RE/ %
YSBC28661—2018	Cr	0.167	0.162	0.165	0.168	0.168	0.169	0.167	1.50	98.7	0.164	1.55
	Mn	0.157	0.157	0.159	0.157	0.156	0.158	0.157	0.66	95.1	0.158	0.45
	V	0.215	0.225	0.215	0.21	0.213	0.223	0.217	2.78	96.3	0.210	3.22
	Ti	0.533	0.542	0.537	0.552	0.548	0.547	0.543	1.36	101.2	0.541	0.37
	Si	0.069 6	0.068 5	0.068 0	0.069 4	0.067 0	0.067 7	0.068 0	1.50	102.4	0.068 0	0.54
GBW01429	Mn	0.469	0.475	0.463	0.451	0.457	0.462	0.463	1.90	98.2	0.47	1.54
	Si	1.86	1.86	1.86	1.86	1.88	1.85	1.86	0.44	99.8	1.87	0.38

表7 实际样品精密度评价表

Table 7 Actual sample precision evaluation table

样品	元素	测定值/%						平均值/%	RSD/%
1#	Cr	0.191	0.186	0.182	0.187	0.187	0.188	0.187	1.51
	Mn	0.691	0.642	0.656	0.679	0.626	0.663	0.659	3.61
	V	0.313	0.318	0.313	0.324	0.314	0.311	0.316	1.45
	Ti	0.366	0.370	0.371	0.376	0.367	0.372	0.370	1.05
	Si	0.177	0.166	0.17	0.185	0.172	0.176	0.174	3.77
2#	Cr	0.217	0.221	0.212	0.211	0.218	0.224	0.217	2.35
	Mn	1.26	1.32	1.19	1.29	1.31	1.31	1.28	3.97
	V	0.223	0.213	0.243	0.233	0.238	0.234	0.231	4.70
	Ti	1.48	1.52	1.45	1.49	1.51	1.55	1.50	2.34
	Si	0.915	0.921	0.918	0.917	0.926	0.933	0.922	0.71
3#	Cr	0.258	0.255	0.258	0.262	0.269	0.27	0.262	2.42
	Mn	3.40	3.47	3.32	3.44	3.44	3.49	3.43	1.80
	V	0.36	0.361	0.36	0.359	0.365	0.365	0.362	0.65
	Ti	2.54	2.58	2.49	2.58	2.58	2.63	2.57	1.94
	Si	2.97	2.98	3.00	2.99	3.03	3.01	3.00	0.67

对误差 RE 小于 5%,加标回收率为 95.1% ~ 102.4%,相对标准偏差小于 5%,且三个实际样品 RSD 均小于 5%,故表明此方法精密度及准确度良

好,能够满足检测要求。

2.5 本文方法与现有检测方法的优缺点分析

本方法测定磷铁样品只需进行一次熔样,并能

同时对硅、锰、钛、钒、铬元素进行测定,为磷铁样品的分析检测提供一种操作简单、成本低、效率高的分

析手段。现有各类方法与本文检测分析方法优缺点见表8。

表8 磷铁样品分析本文方法与现有方法优缺点对比分析

Table 8 Comparative analysis between the method and other methods

比较项	本方法	其他方法
操作时长	本方法在操作时长上具有明显优势,单个样品前处理耗时1~2 h(包含马弗炉升温时长及其他所有样品前处理工作),操作人员在熟悉操作流程的情况下能够在1 h内对样品进行前处理,上机测试时长30~60 min(不包含ICP-OES仪器预热时间),总时长只需消耗2~3 h,既可得到Si、Mn、Ti、V、Cr五种元素分析结果。	传统重量法操作过程中需保留足够沉淀时间,通常单个样品单个元素测定需耗时1~2 d;比色法、容量法流程较长,需多次排除干扰且一次比色或滴定仅能测定单个元素,需耗时1~2 d;X射线荧光光谱法对于单个样品的测定时长较短,仅需30 min即可得到单个样品多元素的测定结果,但对批量样品测定数量上有上限控制。
成本消耗	本方法所采用的容器为镍坩埚,对比其他坩埚如铂金坩埚、刚玉坩埚、银坩埚、铁坩埚等,镍坩埚成本低,不易损坏,易保养。熔剂采用氢氧化钠及碳酸钠混合熔剂,用量较少,具有成本低廉、易购得的优势。	其他方法采用容器多为烧杯、玻璃器皿及坩埚,其中由于磷铁产品中含大量铁,易在熔样时造成坩埚爆裂故多采用金属坩埚,目前多采用镍坩埚、银坩埚、铂金坩埚,但均会对坩埚造成一定程度损耗。熔剂方面,传统方法使用熔剂成本较低,但种类较多,并在其测定过程中还需加入多种其他试剂,用量大;X射线荧光光谱法采用的偏硼酸锂+四硼酸锂混合熔剂和氧化剂、脱模剂,用量大,坩埚一般采用铂金坩埚,成本较高。
操作难易程度及效率	人员经过培训后,可以熟练操作此方法。本方法各环节易操作,对分析人员经验要求不高,可进行大批量磷铁样品分析。以2人为一工作组,每天可进行100~200件磷铁样品的多元素分析。	传统化学方法流程长,操作繁琐、细节多,不同方法仅能测定不同单一元素,对分析人员要求较高,重量法中沉淀洗涤、比色法中干扰的消除,容量法对温度及酸碱度的控制等均为操作难点,分析人员操作经验非常重要。一般以2人为工作组,每天最多可进行40~50件磷铁样品单个元素的测定;X射线荧光光谱法虽对于单个样品测定时长较短,但该方法是在消耗大量时间和标准物质建立标准曲线基础上的,同时也对分析人员的操作有一定要求,熔片机一次仅能熔融数个样品,对大批量样品的分析较困难。
与其他ICP-OES方法进行对比	本方法对比其他ICP-OES方法同样具有时长短、成本低、操作简单、效率高等优点;本方法一次测定的五种元素均为杂质元素,未对磷元素进行测定,这是因为ICP-OES对高含量元素的测定存在波动,稳定性不理想。磷铁样品中磷含量通常大于20%,故本方法未进行磷元素测定。	由于磷铁样品较难溶解,酸溶法有时无法对样品分解完全,氢氟酸的加入使得硅元素无法测定;其他碱熔法在熔剂选择、酸化过程及后续测试过程中与本方法均有相同及不同之处。故在操作时长、成本、难易程度方面,也与本方法有所不同。

3 结论

针对目前电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定磷铁样品杂质元素含量存在的样品难溶解问题,本文采用氢氧化钠+碳酸钠对被检测磷铁进行一次熔样,然后使用电感耦合等离子体发射光谱仪对样品中的硅、锰、钛、钒、铬进行测定,得到以下主要结论。

1) 本文方法对磷铁中的硅、锰、钛、钒、铬元素进行测定,与标准样品各元素含量相对误差RE均

小于5%,加标回收率为95.1%~102.4%,相对标准偏差小于5%,且三个实际样品RSD均小于5%,故表明此方法精密度及准确度良好,能够满足检测要求。

2) 该方法能更好应对磷铁样品难溶解的特点,并在短时间内获得理想检测结果,满足其分析及质控要求,而且测定结果具有很高稳定性、精密度和准确度。本试验方法具有可重复性,流程短、成本低,适用于大批量样品的快速分析,可成为检测磷铁产品的一种更简单、快速、经济的重要手段。

[参考文献]

- [1] 李浩杰,关迪峰,莫蔓,等. 磷铁中磷硅钛测定方法的研究[J]. 检验检疫科学,2005(S1):29-33.
LI Haojie, GUAN Difeng, MO Man, et al. Study on the determination method of phosphorus silicon titanium in phosphorus iron[J]. Inspection and Quarantine Science,2005(S1):29-33.
- [2] 宋祖峰,陆向东,陈海峰,等. 熔融制样-X射线荧光光谱法测定磷铁中磷硅锰钛[J]. 冶金分析,2020,40(8):55-61.
SONG Zufeng, LU Xiangdong, CHEN Haifeng, et al. Determination of phosphorus, silicon, manganese and titanium in ferric phosphorus by X-ray fluorescence spectrometry using melt preparation[J]. Metallurgical Analysis,2020,40(8):55-61.
- [3] 全国钢标准化技术委员会. 钢铁及合金 锰含量的测定 电位滴定或可视滴定法: GB/T 223.4—2008[S]. 2008.
National Steel Standardization Technical Committee. Iron and steel and alloys-Determination of manganese content-Potentiometric titration or visual titration method: GB/T 223.4—2008[S]. 2008.
- [4] 闻向东,张春兰,杨艳. 电位滴定法测定合金钢中的锰含量[J]. 分析测试学报,2006,25(z1):193-194,196. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2006.z1.093.
WEN Xiangdong, ZHANG Chunlan, YANG Yan. Determination of manganese content in alloy steel by potentiometric titration [J]. Journal of Analysis and Testing, 2006, 25(Z1):193-194,196. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2006.z1.093.
- [5] 苏彬,王学云,张崑巍,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷铁中的磷、钛、锰[J]. 河南冶金,2020,28(1):21-22,50.
SU Bin, WANG Xueyun, ZHANG Weiwei, et al. Determination of Phosphorus, titanium and manganese in ferric phosphorus by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Henan Metallurgy, 2019,28(1):21-22,50.
- [6] 王岩,吴超超,曾霞. ICP-AES法测定磷铁合金中磷、锰含量[J]. 南方金属,2021(3):18-21,25.
WANG Yan, WU Chaochao, ZENG Xia. Determination of phosphorus and manganese in ferro-phosphorus alloys by ICP-AES [J]. Southern Metals,2021(3):18-21,25.
- [7] 应腾远,刘文甫,冯杰. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷铁中磷、锰、钛和铝[J]. 理化检验(化学分册),2011,47(8):955-956,962.
YING Tengyuan, LIU Wenfu, FENG Jie. Determination of phosphorus, manganese, titanium and aluminum in ferric phosphorus by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Physical and Chemical Examination (Chemistry Branch), 2011, 47(8):955-956,962.
- [8] 王德智,周桂海. ICP-AES法测定硅钢用高纯磷铁中铌钒钛[J]. 分析仪器,2021(2):9-12.
WANG Dezhi, ZHOU Guihai. Determination of niobium vanadium titanium in high purity phosphorus iron for silicon steel by ICP-AES [J]. Analytical Instruments,2021(2):9-12.
- [9] 张春兰,闻向东,张穗忠. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷铁中硅锰钛[J]. 冶金分析,2010,30(S):493-495.
ZHANG Chunlan, WEN Xiangdong, ZHANG Suizhong. Determination of Si, Mn and Ti in ferric phosphorus by microwave digestion and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2010, 30(S):493-495.
- [10] 刘淑香. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷铁中的钒[J]. 湿法冶金,2012,31(5):327-328.
LIU Shuxiang. Determination of vanadium in ferric phosphorus by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Hydrometallurgy,2012,31(5):327-328.
- [11] 国家认证认可监督管理委员会. 进出口磷铁 第1部分:磷、锰、硅、钛、钒、铬的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法: SN/T 3319.1—2012[S]. 2012.
National Certification and Accreditation Supervision and Administration Commission. Iron phosphorus for import and export-Part 1: Determination of phosphorus, manganese, silicon, titanium, vanadium and chromium by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry:SN/T 3319.1—2012[S]. 2012.
- [12] 于亚辉,王丽娟,王素梅,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷铁中锰钛硅磷[J]. 冶金分析,2020,40(11):50-55.
YU Yahui, WANG Lijuan, WANG Sumei, et al. Determination of manganese titanium silicon phosphorus in ferric phosphorus by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,20,40(11):50-55.

Determination of silicon, manganese, titanium, vanadium, and chromium in phosphorus iron by ICP-OES

CHEN Na, REN Nan, JIN Tingting

(Test Center of Geological Geophysical and Chemical Exploration Institute, Yunnan Nonferrous Geological Bureau, Kunming 650216, China)

Abstract: In order to solve the problem of sample dissolution in the determination of impurity elements in ferric phosphorus samples by inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-OES), this paper uses sodium hydroxide + sodium carbonate to melt the tested ferric phosphorus samples, and then uses inductively coupled

plasma emission spectrometer to determine silicon, manganese, titanium, vanadium and chromium in the samples. The results showed that the detection limit of each element was 0.001 6% ~ 0.008 0% and the lower limit was 0.006 4% ~ 0.032%. The relative error RE of each element content between the results and the standard sample was less than 5%, the recovery rate was 95.1% ~ 102.4%, and the relative standard deviation was less than 5%. RSD of the three actual samples is less than 5%, which indicates that the method has good precision and accuracy, and can meet the detection requirements. The method overcomes the insoluble characteristics of the phosphorus and iron samples, and obtains the ideal detection results in a short time, and the determination results have high stability, precision and accuracy. The test method has the advantages of repeatability, short process and low cost, and is suitable for rapid analysis of large quantities of samples. It can be used as a simple, rapid and economic important means to detect iron phosphorus products.

Key words: phosphorus iron; inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES); sample dissolution; silicon, manganese, titanium, vanadium, chromium; short-process detection; low-cost analysis

中国有研国家动力电池创新中心 eVTOL 电源系统新产品开发取得进展

电动通航飞机要求电池同时具有高能量密度、高功率密度,适应垂直起降和长航时等要求。中国有研国家动力电池创新中心针对应用需求,自主研发出 280 Wh/kg 高比能量兼顾高功率三元锂离子软包电池,持续放电倍率 6C,峰值放电倍率 10C,适用于无人机、电动垂直起降航空器(eVTOL)、飞行汽车应用,是专为工业和信息化部民机专项研发的高比能量兼顾高功率的电池。

在今年的国务院政府工作报告中,低空经济被纳入新质生产力范畴,并与商业航天等一同作为新增长引擎,被列入国家培育的新兴产业和未来产业。2023 年 10 月份,工业和信息化部、科技部、财政部、中国民用航空局等四部门联合印发的《绿色航空制造业发展纲要(2023—2035 年)》提出,到 2025 年,电动通航飞机投入商业应用,电动垂直起降航空器实现试点运行。

中国有研国家动力电池创新中心基于此款电池,通过结构优化,成功开发 800 V 电压等级、32 kWh 电源系统样机,系统成组效率 75%,通过通航要求的 20 g 冲击试验和碰撞试验,并已在客户单位 4 座电动垂直起降飞行器上全面实测验证通过,完全满足应用需求,能够保障低空飞行器起飞、降落、巡航平飞等各阶段电力需求。航空领域龙头企业认为,其综合性能显著优于市场同类产品,在新能源航空领域达到国内领先水平,近期将进行电动垂直起降航空器装机试飞,实现场景应用。

中国有研国家动力电池创新中心牢记初心使命,勇攀科技创新高峰,推动实现动力电池革命性突破,发挥国家平台引领作用,助力低空经济发展,为加快培育新质生产力贡献智慧和力量。

(资料来源:中国有色金属报)