

电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定高硫铜磁铁矿中硫

王艳君, 周 蕾, 蒋晓光*

(鲅鱼圈海关, 辽宁营口 115007)

摘要:铜磁铁矿作为冶炼铜和铁的重要原料,有害元素硫含量较高。试样经逆王水消解、氢氟酸挥硅和高氯酸进一步氧化后,在硝酸体系中,选择S 182.034 nm为分析谱线,使用铁基体匹配的标准溶液系列绘制校准曲线消除基体效应的影响,使用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定高硫铜磁铁矿中硫。硫质量浓度为0.10~150 μg/mL时与其发射光谱强度呈良好的线性关系,线性相关系数为0.9998;方法检出限为0.0135%。实验方法用于测定5个含量水平高硫铜磁铁矿样品中硫,测定结果的相对标准偏差(RSD, n=11)为2.1%~3.7%,与高频燃烧红外吸收法的测定结果没有显著性差异。方法的重复性标准差为 $S_r = 0.0135x + 0.0143$,重复性限为 $r = 0.0379x + 0.0396$,再现性标准差为 $S_R = 0.0232x + 0.0137$,再现性限为 $R = 0.0653x + 0.0383$ 。

关键词:铜磁铁矿;硫;电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)

中图分类号:O657.31

文献标志码:A

文章编号:1000-7571(2019)12-0061-07

随着生产力的发展,人们对矿产资源的需求越来越多,金属矿产已成为各国的战略资源。铜磁铁矿作为一种含铜富铁的磁铁矿,已成为冶炼铜和铁的主要原料之一。铜磁铁矿为铜和铁的金属复合矿,主要分布在中国湖北大冶、云南东川、安徽安庆、怀宁、庐江以及辽宁南部等,并得到开发使用^[1-2],全国年利用数千万t。由于铜和铁是典型的亲硫元素,铜磁铁矿中的铜和部分铁以硫化物形式存在,硫含量为0.5%~7.0%(质量分数)。为此,我国制定了有色金属行业标准系列YS/T 1047—2015《铜磁铁矿化学分析方法》,在第4部分规定了采用高频燃烧红外吸收光谱法测定硫含量的方法。因此,研究制定铜磁铁矿中硫含量测定的替代方法,对满足铜磁铁矿的开采、贸易和加工要求,规范铜磁铁矿生产、解决贸易争端等具有重要意义。

测定矿物中硫的主要方法有硫酸钡重量法、燃烧碘量法、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-

AES)和燃烧红外吸收法^[3]等。其中,电感耦合等离子体原子发射光谱仪已在矿冶行业的化学分析实验室得到普及,不仅应用于金属和矿物中金属元素和稀土元素的分析,而且应用于硫、磷、砷等非金属元素的分析^[4-5]。有文献报道了ICP-AES测定铜磁铁矿中镍、铅、锌、铜、锰、铝、钙、镁、钛和磷^[6-8]的方法,但鲜见测定铜磁铁矿中硫的报道。ICP-AES测定矿物中硫的消解方法主要有混合酸消解法^[9-20]和碱熔法^[21-24],混合酸消解法分为敞开消解和密闭消解两种方式,敞开消解方式存在消化不完全的缺点,密闭消解存在消解样品量小、不安全的缺点,碱熔法存在引入杂质多的缺点。逆王水是强氧化剂,能将硫化矿中的硫氧化成硫酸盐,本文在文献^[9-10]基础上,建立了逆王水消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高硫铜磁铁矿中硫含量的方法,分析结果与高频红外吸收法分析结果无显著性差异,可作为铜磁铁矿中硫含量测定方法使用。

收稿日期:2019-06-12

基金项目:工信部行业标准计划项目(2018-0612T-YS)

作者简介:王艳君(1962—),女,高级工程师,大学本科,主要从事金属材料和矿产品化学分析工作;E-mail: wangyanjunciq@sina.com

* 通讯联系人:蒋晓光(1960—),男,研究员,大学本科,主要从事金属材料和矿产品化学分析工作;E-mail: jxg6151117@163.com

1 实验部分

1.1 主要仪器及工作条件

ICPS-7510 型电感耦合等离子体发射光谱仪(日本岛津)。仪器工作条件:射频功率为 1200 W;频率为 27.12 MHz;辅助气(Ar)流量为 0.70 L/min;冷却气流量为 14.0 L/min;雾化气流量为 1.20 L/min;观察高度为 Hi。

1.2 主要试剂

硫标准溶液:1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,称取 5.4354 g 预先在 150 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h 的基准硫酸钾于 300 mL 烧杯中,用水溶解,转移至 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

铁基体溶液:20 mg/mL,称取 2.9 g 三氧化二铁(高纯)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、15 mL 盐酸,加盖表面皿,于电热板上低温加热溶解,冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

硝酸、氢氟酸、高氯酸:分析纯;实验用水为二次蒸馏水。

氩气:纯度(体积分数)不小于 99.99%。

1.3 样品处理

使用非磁性称量勺,称取 0.20 g(精确至 0.0001 g)粒度不大于 160 μm 的预干燥样品,置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿,加入 16 mL 逆王水,摇匀,盖上表皿,放置 30 min 后,取下表皿,加入 2 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸,置于已调节至 140~160 $^{\circ}\text{C}$ 的控温电热板上加热至少 3 h,升温至 200 $^{\circ}\text{C}$ 左右加热至高氯酸烟冒尽,取下烧杯,冷却,加入 6 mL 硝酸,用少量水冲洗杯壁,加热使盐类溶解,冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用中速滤纸干过滤,弃去最初的几毫升滤液。

1.4 标准溶液系列的配制

分别移取 5 mL 铁基体溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 0、0.50、5.00、10.00、12.50、15.00 mL 硫标准溶液,用硝酸(1+20)稀释至刻度,混匀。

1.5 样品中硫的测定

在选定的仪器分析条件下,于电感耦合等离子体发射光谱仪波长 S 182.031 nm 处,按由低到高的顺序测量标准溶液系列(1.4)的光谱强度。以硫质量浓度为横坐标,对应的净光谱强度(标准溶液的光谱强度与“零”浓度标准溶液光谱强度之差)为纵坐标,绘制校准曲线。

测量试液(1.3)及随同样品空白溶液的发射光谱强度,依据校准曲线计算出被测元素的含量。

2 结果与讨论

2.1 样品制备

铜磁铁矿中硫含量较高(质量分数为 0.5%~7.0%),硫主要以硫化物形式存在。为避免研磨发热使样品化学成分发生明显改变,样品研磨时间不宜过长^[25]。实验证明,将样品研磨至 160 μm ,再于 105~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重,在干燥器中冷却至室温,即可达到满意的逆王水消解效果,且测定结果准确。

2.2 样品的消解

铜磁铁矿含有 40%~60%(质量分数,下同)铁、0.5%~2.5% 铜、3.0%~35% 二氧化硅、0.5%~7.0% 硫。硫以单质硫、硫化物和硫酸盐形式存在,由于铜和铁属于亲硫元素,主要以铁和铜的硫化物形式存在。消解样品时,单质硫和硫化物均需被氧化,常用氧化剂有硝酸、高氯酸、过氧化氢、王水、逆王水、过氧化钠、氯酸钾及其混合物等。在文献[9-10]基础上,选取 3 个铜磁铁矿样品(S1、S2 和 S5),称取 0.20 g,采用 16 mL 逆王水、16 mL 王水和 16 mL 硝酸 3 种体系进行溶样试验。结果表明,采用逆王水体系溶样,硫的测定结果与 YS/T 1047.4—2015 方法测定结果一致;采用王水体系溶样,硫的测定结果与 YS/T 1047.4—2015 方法测定结果基本一致;采用硝酸体系溶样,硫的测定结果与 YS/T 1047.4—2015 方法测定结果的差值较大。采用逆王水体系溶样,样品经逆王水氧化、氢氟酸挥硅和高氯酸进一步氧化,其中的单质硫和硫化物被氧化生成 SO_4^{2-} ,同时硫酸盐被消解。

本法关注的焦点是样品中的单质硫能否完全氧化,为此在 S1、S3 和 S5 共 3 个含量水平铜磁铁矿样品中添加适量的单质硫,进行 6 次回收试验,结果见表 1。由表 1 可知,单质硫的回收率介于 97%~100% 之间,说明单质硫在逆王水、氢氟酸和高氯酸条件下已完全被氧化。

表 1 单质硫回收试验结果

样品编号 Sample No.	测定值 Found/g	加标量 Added/g	测得总量 Total found/g	回收率 Recovery/%
S5	0.00136	0.00200	0.00330	97
S3	0.00324	0.00650	0.00955	97
S1	0.00486	0.00500	0.00984	100

2.3 分析谱线

电感耦合等离子体原子发射光谱法中,干扰可

分为光谱干扰和非光谱干扰。硫的分析谱线主要有 S 180.731 nm 和 S 182.034 nm,其中 S 180.731 nm 与 Ca 180.734 nm 存在部分重叠,属于光谱干扰。为了研究干扰的程度,按如下方法配制溶液。移取 1.00 mL(或 7.00、15.00 mL)硫标准溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0、1.0、1.5、3.5、7.5、10.0 mL 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 钙标准溶液,用硝酸(1+20)稀释至刻度,混匀。该溶液系列中硫的质量浓度皆为

10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (或 70、150 $\mu\text{g}/\text{mL}$),钙质量浓度分别为 0、10、15、35、70、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。分别测定 S 180.731 nm 和 S 182.034 nm 处的发射强度,考察 Ca 180.734 nm 对 S 180.731 nm 的光谱干扰。结果见表 2。由表 2 可知,在 S 180.731 nm 处,钙对低含量硫存在光谱干扰效应,硫含量测定结果与理论值的误差较大;在 S 182.034 nm 处,钙对硫的光谱干扰效应不明显。综合分析,推荐使用 S 182.034 nm 作为分析谱线。

表 2 钙对硫的光谱干扰

Table 2 Spectral interference of calcium with sulfur

$\mu\text{g}/\text{mL}$

ρ_{Ca}	10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ S				70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ S				150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ S			
	S 180.731 nm		S 182.034 nm		S 180.731 nm		S 182.034 nm		S 180.731 nm		S 182.034 nm	
	测定值 Found	误差 Error	测定值 Found	误差 Error	测定值 Found	误差 Error	测定值 Found	误差 Error	测定值 Found	误差 Error	测定值 Found	误差 Error
0	9.90	-0.10	10.02	0.02	72.88	2.88	71.35	1.35	151.14	1.14	151.41	1.41
10	10.03	0.03	10.17	0.17	73.21	3.21	71.97	1.97	150.88	0.88	149.78	-0.21
15	10.39	0.39	10.18	0.18	73.89	3.89	72.16	2.16	152.73	2.73	151.68	1.68
35	10.56	0.56	10.34	0.24	72.96	2.96	71.53	1.53	152.39	2.39	152.07	2.07
70	10.98	0.98	10.27	0.27	71.82	1.82	70.62	0.62	149.88	-0.12	148.18	-1.82
100	11.13	1.13	10.21	0.21	72.11	2.11	70.98	0.98	149.03	-0.97	148.06	-1.94

2.4 基体效应的影响

铜磁铁矿中除被测组分外,主要成分为铁、二氧化硅、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁和铜。二氧化硅在消解过程中与氢氟酸反应生成四氟化硅经高温冒烟挥发掉。铁是铜磁铁矿的主成分,对硫的测定存在一定干扰^[26],而对共同元素的干扰试验结果说明铝、钙、镁和铜不干扰测定。

配制两组标准溶液系列,一组加入 5 mL 铁基体溶液(20 mg/mL),另一组不加铁基体溶液,分别绘

制校准曲线,测定实际样品 S1(含 47% 铁)、S2(含 54% 铁)、S5(含 53% 铁)中的硫量以考察铁对硫的干扰,结果见表 3。由表 3 可知,采用未加入铁基体的校准曲线测定的结果与 YS/T 1047.4—2015 的测定值差值较大,采用加入铁基体的校准曲线测定的结果与 YS/T 1047.4—2015 的测定值接近,说明铁对硫有一定的基体效应。实验采用在标准溶液系列中,分别加入 5 mL 铁基体溶液(20 mg/mL)进行基体匹配以消除铁基体对硫的干扰。

表 3 铁基体对硫的干扰

Table 3 Interference of iron matrix with sulfur

w/%

样品号 Sample No.	S 的测定值 Found of S		
	YS/T	未加入铁基体溶液的校准曲线 Calibration curve without iron matrix	加入铁基体溶液的校准曲线 Calibration curve with iron matrix
	1047.4—2015		
S5	0.65	0.65	0.66
S2	2.42	2.36	2.40
S1	6.78	6.65	6.86

2.5 校准曲线和检出限

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行测定,以硫的质量浓度 x 为横坐标,对应的发射强度 y 为纵坐标,绘制校准曲线。按照样品测试程序,独立进行 10 次空白试验,以空白溶液测定值的 3 倍标

准偏差计算检出限,结果如表 4。

2.6 精密度试验

按照实验方法对 5 个含量水平铜磁铁矿样品中硫含量进行了测定,结果见表 5。结果的相对标准偏差(RSD, $n=11$)在 2.1%~3.7% 之间,满足 GB/T

表 4 校准曲线和检出限

Table 4 Calibration curve and detection limit

元素 Element	波长 Wavelength/nm	线性范围 Linear range/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	线性回归方程 Linear regression equation	相关系数 r Correlation coefficient	检出限 Detection limit $\omega/\%$
S	182.034	0.10~150	$y=0.188x$	0.9998	0.0135

表 5 精密度试验结果

Table 5 Results of precision test

编号 No.	测定值 Found $\omega/\%$	平均值 Average $\omega/\%$	标准偏差 SD $\omega/\%$	RSD/ %
S5	0.635,0.638,0.654,0.662,0.669,0.679,0.687,0.691,0.692,0.693,0.715	0.674	0.025	3.7
S3	1.532,1.552,1.582,1.592,1.605,1.610,1.614,1.617,1.635,1.655,1.674	1.606	0.0415	2.6
S2	2.308,2.355,2.356,2.367,2.374,2.386,2.414,2.452,2.458,2.494,2.514	2.407	0.0648	2.7
S4	4.715,4.764,4.779,4.856,4.857,4.899,4.949,4.968,5.024,5.039,5.045	4.900	0.116	2.4
S1	6.623,6.727,6.777,6.828,6.854,6.951,6.983,6.991,7.029,7.040,7.059	6.897	0.144	2.1

27417—2017 对实验室内变异系数的要求。

2.7 正确度试验

由于没有合适的标准样品,采用实验方法和 YS/T 1047.4—2015《铜磁铁矿化学分析方法第 4

部分:硫量的测定 高频燃烧红外线吸收光谱法》对 5 个含量水平铜磁铁矿样品中的硫含量分别进行测定 ($n=11$),计算平均值,并对两种方法测定结果的平均值进行 t 检验,见表 6。

表 6 不同方法比对结果($n=11$)

Table 6 Comparison of test results of different methods

项目 Item	水平样品 Level (horizontal) samples									
	S5		S3		S2		S4		S1	
	ICP-AES	YS/T 1047.4-2015	ICP-AES	YS/T 1047.4-2015	ICP-AES	YS/T 1047.4-2015	ICP-AES	YS/T 1047.4-2015	ICP-AES	YS/T 1047.4-2015
平均值	0.67	0.65	1.61	1.63	2.40	2.42	4.89	4.97	6.89	6.78
SD	0.025	0.012	0.043	0.081	0.062	0.077	0.114	0.086	0.145	0.147
统计量 t	2.0480		0.7644		0.6904		1.9487		1.8406	
$t_{0.025,20}$	2.0860									

5 个含量水平样品的统计量 $t < t_{0.025,20}$,表明本法与 YS/T 1047.4—2015(高频燃烧红外吸收法)测定结果的平均值没有显著性差异,可以作为铜磁铁矿中硫含量测定方法使用。

2.8 重复性与再现性

按照 GB/T 6379.2 要求,9 个实验室分别对 5 个含量水平的铜磁铁矿样品进行了 5 次独立测定,确定校准曲线线性范围内的方法精密度为:重复性标准差 $S_r = 0.0135x + 0.0143$ 、重复性限 $r = 0.0379x + 0.0396$ 、再现性标准差 $S_R = 0.0232x + 0.0137$ 、再现性限 $R = 0.0653x + 0.0383$ 。

参考文献:

[1] 朱训.中国矿情(第 2 卷):金属矿产[M].北京:科学出版社,1999:1-14.

[2] 舒全安,陈培良,程建荣,等.鄂东铁铜矿产地质[M].北京:冶金工业出版社,1992:1-20.

[3] 张彦甫,蒋晓光,韩峰.高频燃烧红外吸收法测定高硫铜磁铁矿中硫含量[J].冶金分析,2015,36(6):44-48.

ZHANG Yan-fu,JIANG Xiao-guang,HAN Feng.Determination of sulfur in high sulfur copper magnetite by high frequency combustion infrared absorption method [J].Metallurgical Analysis,2015,36(6):44-48.

[4] 郑国经.电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪器与方法的新进展[J].冶金分析,2014,34(11):1-10.

ZHENG Guo-jing.New advances in inductively coupled plasma atomic emission spectrometric instruments and methods[J].Metallurgical Analysis,2014,34(11):1-10.

[5] 杨开放,黎莉,郭卿.电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法在非金属材料测定中的应用[J].中国无机分析化学,2016,6(4):15-19.

- YANG Kai-fang, LI Li, GUO Qing. Application of ICP-OES in determination of non-metal elements[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016, 6(4): 15-19.
- [6] 范丽新,王杰.电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铜磁铁矿中的Al、Ni、Cu、Mg、Pb、Zn 6种元素[J].中国无机分析化学,2015,5(1):53-55.
- FAN Li-xin, WANG Jie. Simultaneous determination of Al, Ni, Cu, Mg, Pb and Zn in copper magnetite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(1): 53-55.
- [7] 王艳君,蒋晓光,张彦甫,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铜磁铁矿中铜、锰、铝、钙、镁、钛和磷的含量[J].中国无机分析化学,2015,5(3):64-69.
- WANG Yan-jun, JIANG Xiao-guang, ZHANG Yan-fu, et al. Determination of Cu, Mn, Al, Ca, Mg, Ti and P in copper magnetite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(3): 64-69.
- [8] 王学虎,马得莉.ICP测定铜磁铁矿中铋、镉、钴、碲、铈杂质元素[J].甘肃冶金,2018,40(1):47-49.
- WANG Xue-hu, MA De-li. Simultaneous determination of Bi, Cd, Co, Te and Sb in copper magnetite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) with microwave digestion [J]. Gansu Metallurgy, 2018, 40(1): 47-49.
- [9] 苏凌云.低温逆王水溶样-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铁矿中硫和磷[J].冶金分析,2014,34(11):69-72.
- SU Ling-yun. Determination of sulfur and phosphorus in iron ore by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after sample dissolution with inverse aqua regia in low temperature [J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(11): 69-72.
- [10] 李清昌,薛静.ICP-AES测定矿物中硫的前处理方法的对比[J].有色矿冶,2013,29(1):57-58,62.
- LI Qing-chang, XUE Jing. Pretreatment method contrast of determination of sulfur in mineral by ICP-AES [J]. Non-ferrous Mining and Metallurgy, 2013, 29(1): 57-58, 62.
- [11] 高亮.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定萤石中硫[J].冶金分析,2013,33(9):49-52.
- GAO Liang. Determination of sulphur in fluorite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2013, 33(9): 49-52.
- [12] 张穗忠,李杰.电感耦合等离子体原子发射光谱法测量萤石中硫含量[J].武汉工程职业技术学院学报,2013,25(4):1-3.
- ZHANG Sui-zhong, LI Jie. Measuring of sulfur content in fluorite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Journal of Wuhan Engineering Institute, 2013, 25(4): 1-3.
- [13] International Organization for Standardization. ISO 14720. 2:2013 Testing of ceramic raw and basic materials-determination of sulfur in powders and granules of non-oxidic ceramic raw and basic materials—Part 2: Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP/OES) or ion chromatography after burning in an oxygen flow[S]. Switzerland: [s.n.], 2013.
- [14] 全洗强,陶鑫,杜文越,等.液液萃取电感耦合等离子体光谱法测定碳酸盐岩中的单质硫[J].中国岩溶,2017,36(3):415-148.
- QUAN Xi-qiang, TAO Xin, DU Wen-yue, et al. Liquid-liquid extraction inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-AES) for determination of elemental sulfur in carbonate rock [J]. Carsologica Sinica, 2017, 36(3): 415-148.
- [15] 全洗强,王群英,张随城.ICP-AES法测定碳酸盐岩中的总硫及其硫的形态[J].分析试验室,2014,33(1):100-103.
- QUAN Xi-qiang, WANG Qun-ying, ZHANG Sui-cheng. Determination of total sulfur and different chemical state of sulfur in carbonate by ICP-AES [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2014, 33(1): 100-103.
- [16] 杨慎荣,葛童,李清彩,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硫化物矿石中的硫[J].分析测试技术与仪器,2010,16(4):250-252.
- YANG Shen-rong, GE Tong, LI Qing-cai, et al. Determination of sulfur in sulfide ore by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2010, 16(4): 250-252.
- [17] 李清彩,赵庆令,荀红梅.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定多金属矿石中砷镉钢硫锑[J].冶金分析,2015,35(2):61-64.
- LI Qing-cai, ZHAO Qing-ling, XUN Hong-mei. Determination of arsenic, cadmium, indium, sulfur and antimony in polymetallic ore by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35(2): 61-64.
- [18] 李清彩,赵庆令,安茂国,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定地热水中的硫化物[J].岩矿测试,2017,36(3):239-245.
- LI Qing-cai, ZHAO Qing-ling, AN Mao-guo, et al. Determination of sulfide in geothermal water by inductive-

- ly coupled plasma-optical emission spectrometry [J].
Rock and Mineral Analysis,2017,36(3):239-245.
- [19] 李海涛,焦立为,殷新,等.ICP-AES测定铜精矿中的硫 [J].光谱实验室,2011,28(5):2612-2614.
LI Hai-tao, JIAO Li-wei, YIN Xin, et al. Determination of sulfur in copper concentrate by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2011, 28(5): 2612-2614.
- [20] 李冰,马新荣,杨红霞,等.封闭酸溶-电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定地质样品中硼砷硫 [J].岩矿测试,2003,22(4):241-247.
LI Bing, MA Xin-rong, YANG Hong-xia, et al. Determination of boron, arsenic and sulfur in geological samples by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with sample treatment by pressurized decomposition[J]. Rock and Mineral Analysis, 2003, 22(4): 241-247.
- [21] 胡璇,石磊,张炜华.碱熔融-电感耦合等离子体发射光谱法测定高硫铝土矿中的硫 [J].岩矿测试,2017,36(2):124-129.
HU Xuan, SHI Lei, ZHANG Wei-hua. Determination of sulfur in high-sulfur bauxite by alkali fusion-inductively coupled plasma-optical emission spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(2): 124-129.
- [22] 姜云军,李星,姜海伦,等.碱熔-离子交换树脂分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨钼矿石中的钨、钼、硼、硫和磷 [J].理化检验:化学分册,2018,54(9):1030-1034.
JIANG Yun-jun, LI Xing, JIANG Hai-lun, et al. Determination of tungsten, molybdenum, boron, sulfur and phosphorus in tungsten molybdenum ores by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry combined with alkali fusion and separation using ion exchange resin[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2018, 54(9): 1030-1034.
- [23] 刘东艳,张园力.等离子发射光谱法测定煤中总硫的方法研究 [J].光谱学与光谱分析,2002,22(1):89-91.
LIU Dong-yan, ZHANG Yuan-li. Determination of total sulfur in coal by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2002, 22(1): 89-91.
- [24] 谢华林.ICP-AES法测定水泥中硫的研究 [J].水泥工程,2004(3):60.
XIE Hua-lin. Determination of sulfur in cement engineering by ICP-AES[J]. Cement Engineering, 2004(3): 60.
- [25] International organization for standardization.ISO 3082:2017 Iron ores—sampling and sample preparation procedures[S].Switzerland:[s.n.],2017.
- [26] 刘坤杰,李文军,李建强,等.ICP-AES分析法中铁基体非光谱干扰效应的机理研究 [J].光谱学与光谱分析,2011,31(4):1110-1114.
LIU Kun-jie, LI Wen-jun, LI Jian-qiang, et al. A study of non-spectral interference of iron matrix and its mechanisms in ICP-AES analysis[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2011, 31(4): 1110-1114.

Determination of sulfur in high-sulfur copper magnetite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

WANG Yan-jun,ZHOU Lei,JIANG Xiao-guang*
(Bayuquan Customs District P.R. China, Yingkou 115007, China)

Abstract: Copper magnetite was an important raw material for the smelting of copper and iron. The content of harmful element in copper magnetite, i. e., sulfur, was relatively high. The sample was digested by reverse aqua regia. After volatilizing silicon by hydrofluoric acid and further oxidization by perchloric acid, the content of sulfur in high-sulfur copper magnetite was determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) in nitric acid system with S 182. 034 nm as the analytical line. The calibration curve was prepared with standard solution series which were matched with iron matrix to eliminate the influence of matrix effect. When the mass concentration of sulfur was in range of 0. 10-150 $\mu\text{g}/\text{mL}$, it showed good linear relationship with the corresponding emission intensity. The linear correlation coefficient was 0. 9998. The detection limit of method was 0. 0135%. The proposed method was applied for the determination of sulfur in five content levels of high-sulfur copper magnetite samples. The relative standard deviations (RSD, $n = 11$) of the determination results were between 2. 1% and 3. 7%, which had no

significant difference with the results obtained by high frequency combustion infrared absorption method. The standard deviation of repeatability of method was $S_r = 0.0135x + 0.0143$. The repeatability limit was $r = 0.0379x + 0.0396$. The standard deviation of reproducibility was $S_R = 0.0232x + 0.0137$. The reproducibility limit was $R = 0.0653x + 0.0383$.

Key words: copper magnetite; sulfur; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)

《冶金分析》征稿启事

《冶金分析》由中国钢研科技集团有限公司和中国金属学会主办。本刊旨在动态反映冶金领域分析测试新技术、新方法、先进经验,报导研究成果,发表综述文章,并介绍国内外冶金分析动态等,适合于冶金、矿山、石油、化工、机械、地质、环保、商检等领域或部门的技术人员及大专院校师生阅读和参考。

《冶金分析》1981年创刊,2007年起改为月刊。据2019年版《中国科技期刊引证报告》(核心版),本刊2018年度影响因子为0.799。本刊是中国科技论文统计源期刊、全国中文核心期刊、美国“CA”千种表中国化工类核心期刊,1994—2008年为美国工程信息公司EI数据库收录,自2009年起被ELSEVIER旗下的SCOPUS数据库收录,并为中国知网(CNKI)、万方数据资源系统、中文科技期刊数据库等国内知名数据库所收录。

作为冶金领域中权威的分析技术专业期刊,《冶金分析》的办刊宗旨是为广大冶金分析测试工作者搭建学术交流平台,以最快的速度及时发表国内外的最新研究成果。

1 征稿范围

冶金及材料化学成分分析测试技术与方法、冶金过程与环保检测、形态/状态分析、表面/界面及形貌分析等方面具有一定创新性、先进性的研究成果,实验室管理、标准物质研制、能力验证与质量控制方案的应用与创新,仪器设备的研制与技术改进,综述与评论等。

2 稿件篇幅

本刊研究与试验报告的印刷版一般为4~6页,约5000~6000字;综述与评论的印刷版一般为6~8页,不超过8000字。

3 来稿要求

稿件具有一定创新性,并且观点明确,数据准确、完整,文字精炼通顺,层次清晰,结构严谨。文题应简单明确,能反映和概括研究主要内容和特色,切忌过于笼统,避免使用副标题;题目及关键词不能用缩略语、商品名及分子式;标题、作者信息、摘要与关键词须与中文对应翻译为英文,置于全文后。

4 声明

为扩大本刊所载论文在国内外的学术影响,促进科技信息的广泛交流,本刊已同意国内外有关检索刊物、中国知网(CNKI)、万方数据资源系统、中文科技期刊数据库等摘引或转载本刊所登论文。凡投寄我刊稿件,本刊将视为已许可上述出版物引用。本刊所付稿酬已包括上述出版物稿酬。

衷心欢迎广大科技工作者踊跃来稿。

冶金分析编辑部

地址:北京市海淀区学院南路76号 邮编:100081 网址:<http://yjfx.chinamet.cn>
E-mail:yjfx@analysis.org.cn 电话:010-62182398