



蔡伟亭, 宋君鹏, 张明慧, 等. 基体匹配-高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中的硫[J]. 岩矿测试, 2025, 44(3): 494–501. DOI: [10.15898/j.ykcs.202412190263](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202412190263).

CAI Weiting, SONG Junpeng, ZHANG Minghui, et al. Determination of Sulfur in Fly Ash by High Frequency Combustion Infrared Absorption Spectroscopy with Matrix Matching[J]. Rock and Mineral Analysis, 2025, 44(3): 494–501. DOI: [10.15898/j.ykcs.202412190263](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202412190263).

基体匹配-高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中的硫

蔡伟亭, 宋君鹏, 张明慧, 王安丽*, 荣文娜, 李贝
(天津包钢稀土研究院有限责任公司, 天津 300300)

摘要: 粉煤灰中的硫含量过高, 会导致后续用作混凝土掺入料时, 引起混凝土体积变化而造成膨胀开裂等问题, 准确测定粉煤灰中硫的含量, 对实现粉煤灰的合理应用具有重要意义。目前采用硫酸钡质量法测定粉煤灰中硫含量, 分析流程较长, 且操作繁琐, 对人员及操作要求严格, 检测效率较低。本文利用扫描电镜-能谱技术 (SEM-EDS) 分析发现粉煤灰中的硫元素主要与钙结合, 为有效地避免基体效应的影响, 提出在粉煤灰样品基体中加入硫酸钙制备人工合成校准样品, 采用高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中的硫含量。为探究最佳实验方案, 设计了以助熔剂 (纯铁、钨、锡) 加入量, 助熔剂和试样的加入顺序为考察因素的四因素三水平的正交试验; 并考察分析时间、称样量等参数对硫含量测定的影响。结果表明, 校准曲线方程为 $y=2194.4x+8.21$, 相关系数 $r=0.9998$, 方法检出限为 0.00036%(质量分数), 定量限为 0.0012%(质量分数)。按照实验方法测定实际粉煤灰样品中的硫含量, 相对标准偏差 (RSD) 为 0.6%~2.1%, 测定值与硫酸钡质量法结果基本吻合。与硫酸钡质量法相比, 该方法操作简便, 可快速准确测定粉煤灰中的硫含量。

关键词: 高频燃烧红外吸收法; 粉煤灰; 硫; 助熔剂; 称样量

要点:

- (1) 为避免基体效应, 选择制备合适校准样品, 利用扫描电镜-能谱技术研究粉煤灰中硫的赋存状态。
- (2) 粉煤灰基体中加入硫酸钙制备校准样品, 避免因基体差异造成的偏差。
- (3) 设计了不同助熔剂加入量及加入顺序的四因素三水平的正交试验, 确定最佳实验方案。

中图分类号: O659.2; TF03.1

文献标识码: B

煤炭作为中国火力发电的主要燃料, 在中国能源安全中占据主导地位。粉煤灰是煤燃烧过程中的副产物, 大量粉煤灰的堆积对生态环境安全造成挑战, 同时也造成资源浪费^[1-3]。目前, 粉煤灰已经被广泛应用于建工、建材、水利等领域^[4-5]。粉煤灰中的硫主要来源于燃煤本身和燃烧方式, 其含量过高会造成混凝土掺和料体积增大, 导致混凝土膨胀开裂, 因此准确测定粉煤灰中的硫含量对其合理应用具有重要意义^[6-8]。

目前, 硫的测定方法主要有重量法、离子色谱法、电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)、滴定法、高频燃烧红外吸收法等。而粉煤灰中硫含量的测定主要依据《煤灰成分分析方法》(GB/T 1574—2007), 包括硫酸钡质量法、燃烧中和法及库仑滴定法。硫酸钡质量法的准确度高, 适用范围广, 成本低, 受环境影响小, 但该方法的缺点是分析流程较长, 操作繁琐, 极易因操作不当或某个环节疏忽而造成结果偏低或偏高。燃烧中和法的操作比较简单, 但样品测

收稿日期: 2024-12-19; 修回日期: 2025-01-24; 接受日期: 2025-01-29; 网络出版日期: 2025-02-22

第一作者: 蔡伟亭, 硕士, 工程师, 主要从事稀土材料分析检测工作。E-mail: c19220408@163.com。

通信作者: 王安丽, 硕士, 高级工程师, 主要从事稀土材料分析检测工作。E-mail: Anli_Wang@163.com。

试时间长, 不适合进行批量测试。库仑滴定法的成本较低, 操作简单快速、实现了仪器化、自动化, 但其测试温度 (1150℃) 较低, 且加入的催化剂三氧化钨不易混合均匀, 极易造成测试结果偏低^[9]。高频燃烧红外吸收法因具有操作简单、分析速度快、准确度高等优点, 已被广泛应用于硫含量的测定^[10-11]。采用高频燃烧红外吸收法测定硫含量时, 需要利用标准样品进行仪器校准及校准曲线的建立^[12-13]。标准样品组成应与样品充分相似, 才能有效地避免基体效应的影响, 保证测定结果准确和可靠^[14]。粉煤灰作为煤燃烧过程的副产物, 由于燃煤原料及燃煤方式复杂多样, 使得粉煤灰本身组成复杂, 因此, 利用高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中硫含量时, 如何有效地避免基体效应的影响是亟待解决的问题之一^[15]。李建红^[16]采用高频燃烧红外吸收法检测煤灰中三氧化硫含量, 实验中直接使用纯物质无水硫酸钙建立测试校准曲线, 忽略了样品基体的影响。

本文首先通过扫描电镜-能谱技术 (SEM-EDS) 发现粉煤灰中硫主要与钙结合, 因此提出在粉煤灰样品基体中加入硫酸钙的方式来制备人工合成校准样品, 在满足标准曲线绘制时硫含量阶梯性变化要求的同时, 有效地避免了硫含量测试时因标准样品基体不同造成的结果偏差。同时设计了以助熔剂 (纯铁、钨、锡) 加入量, 助熔剂和试样的加入顺序为考察因素的四因素三水平的正交试验。在实验基础上, 通过优化分析时间、助熔剂用量及加入顺序以及样品称样量等参数, 建立了高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中硫含量的方法。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

Apreo2 S 型场发射扫描电子显微镜 (美国 ThermoFisher 公司); HCS-140 红外碳硫分析仪 (上海德凯仪器公司)。

根据仪器推荐条件及无机非金属样品硫的分析条件, 选择参数如下: 氧气流速 1.5L/min, 吹扫时间 20s, 积分延迟 10s, 分析时间 30s, 比较器水平 3%, 燃烧功率 90%。实验用高纯氧气为载气和助燃气, 氮气为动力气, 调节载气输出压力为 0.25MPa, 动力气压力为 0.25MPa。

1.2 主要试剂

高纯氧气 (99.999%); 氮气 (99.99%); 纯铁助熔

剂、钨助熔剂、锡助熔剂: 硫空白均低于 0.0005%。

0# 粉煤灰样品: 制备校准样品时的基体, 由东方希望包头稀土铝业有限责任公司生产, 随机取样且利用三维混样仪充分混合均匀, 该样品用《煤灰成分分析方法》(GB/T 1574—2007) 中的硫酸钡质量法测定硫的质量分数为 0.30%。随机抽取三份粉煤灰测试样品 (东方希望包头稀土铝业有限责任公司生产), 编号为 S1、S2、S3, 用作方法比对。

硫酸钙 (分析纯): 在 105℃ 干燥 2h, 储存于干燥器中备用。

1.3 实验方法

1.3.1 坩埚预处理

碳硫分析专用陶瓷坩埚 (内径 25mm×25mm), 使用前在马弗炉中于 1200℃ 灼烧 4h, 取出, 置于干燥器内冷却, 备用。

1.3.2 校准样品的制备

根据标准样品稀释和制备相关方法^[17-18], 按表 1 将 0#粉煤灰样品与硫酸钙混合, 获得硫含量阶梯性变化的人工合成校准样品, 编号分别为 1#、2#、3#、4#、5#、6#。

表 1 粉煤灰校准样品组成及硫元素含量

Table 1 Composition and sulfur content of fly ash reference materials.

校准样品 编号	校准样品组成		硫含量 (%)
	0#粉煤灰质量 (g)	硫酸钙质量 (g)	
1#	10	0	0.34
2#	10	0.72	1.85
3#	10	1.18	2.75
4#	10	1.71	3.67
5#	10	2.62	5.10
6#	10	3.27	6.00

1.3.3 空白实验

将高频红外碳硫仪开机后预热 30min, 待仪器稳定后, 向陶瓷坩埚中加入 0.3g 纯铁助熔剂、1.4g 钨助熔剂、0.4g 锡助熔剂, 进行独立空白实验, 连续 3 次空白测定值的相对标准偏差 (RSD)≤0.1%, 达到仪器空白控制要求。

1.3.4 校准曲线的建立和样品检测

称取 0.3g 纯铁助熔剂置于陶瓷坩埚底部, 加入 0.10g 试样, 再加入 1.4g 钨助熔剂、0.4g 锡助熔剂, 按上述实验条件依次将 1#至 6#校准样品进行测量, 以硫的质量分数为横坐标, 对应的积分面积为纵坐

标,建立校准曲线。同样方法对未知样品进行检测,根据校准曲线查得未知样品硫含量。

2 结果与讨论

2.1 粉煤灰中硫元素赋存状态研究

为研究粉煤灰中硫元素的分布情况,利用 SEM-EDS 技术对随机选取图1所示区域进行形貌扫描和能谱面分布扫描,钙元素和硫元素分布如图2所示。由 SEM-EDS 扫描结果可以看到,有硫元素分布的区域绝大部分都有钙元素,且钙元素的分布区域比硫元素更广,这说明粉煤灰中的硫元素主要与钙结合。粉煤灰中的硫主要是以硫酸盐的形式存在^[19-21]。

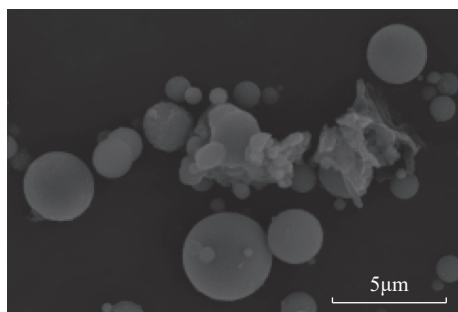
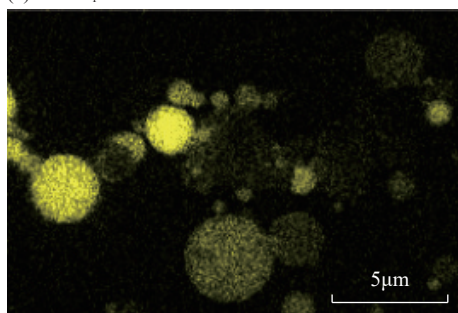


图1 SEM-EDS 分析粉煤灰样品的形貌

Fig. 1 The surface morphology of fly ash sample by SEM-EDS.

(a) Ca $K\alpha_1$



(b) S $K\alpha_1$

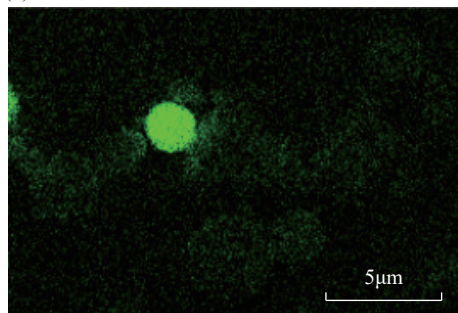


图2 粉煤灰样品 Ca 元素 (a) 和 S 元素 (b) 面分布图

Fig. 2 The element distribution of fly ash sample: Ca element (a) and S element (b).

因此,本文选取在粉煤灰基体样品中加入硫酸钙的方式制备校准样品,建立校准曲线,以此来减少标准样品与实际样品的差异。

2.2 实验条件对硫含量测定的影响

2.2.1 分析时间

为探究分析时间对硫含量测定结果的影响,本文按照 1.3.4 节所述实验方法,测定 1# 样品在 15~45s 分析时间范围变化时硫的含量。由图3测定结果可以看到,分析时间在 15~30s 内变化时,所测硫含量随分析时间增加而增加;分析时间在 30~45s 范围内变化时,随时间增加,所测硫含量未见明显变化。郝慧聪等^[22]提出分析时间过短时,由于样品燃烧不充分及燃烧生成的气体未被红外检测器完全检测而造成分析效率下降,硫含量的测定结果偏低。因此,实验选择分析时间为 30s。

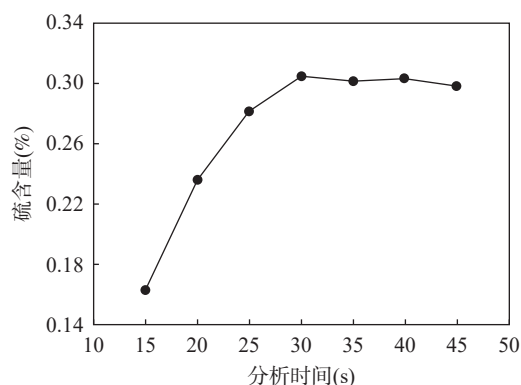


图3 分析时间对硫测定结果的影响

Fig. 3 The effect of analysis time on the results of sulfur determination.

2.2.2 助熔剂加入量与加入顺序

在样品燃烧过程中,助熔剂可以通过氧化放热给样品提供热量,帮助样品在高频炉中燃烧和分解,促使样品中的硫能够完全释放,从而生成二氧化硫被检测器检测^[23-24]。本文选择纯铁、钨、锡作为助熔剂,选择 4#校准样品,利用四因素三水平正交实验,探究三种助熔剂的加入量及加入顺序对硫含量测定结果的影响。图4为四因素三水平正交实验设计方案及测试结果,并对测试结果进行分析。由表2可见,纯铁助熔剂加入 0.3g 时, K 最大值为 10.684% (K 为每个因素各个水平的硫含量测定值之和)。

纯铁是高电磁感应金属,纯铁的加入可以增加样品的导磁性,使体系升温速度加快,同时,纯铁在氧化燃烧过程中可以产生较大的焦耳热促进样品充分燃烧,但加入量过多可能会导致硫释放不完全而

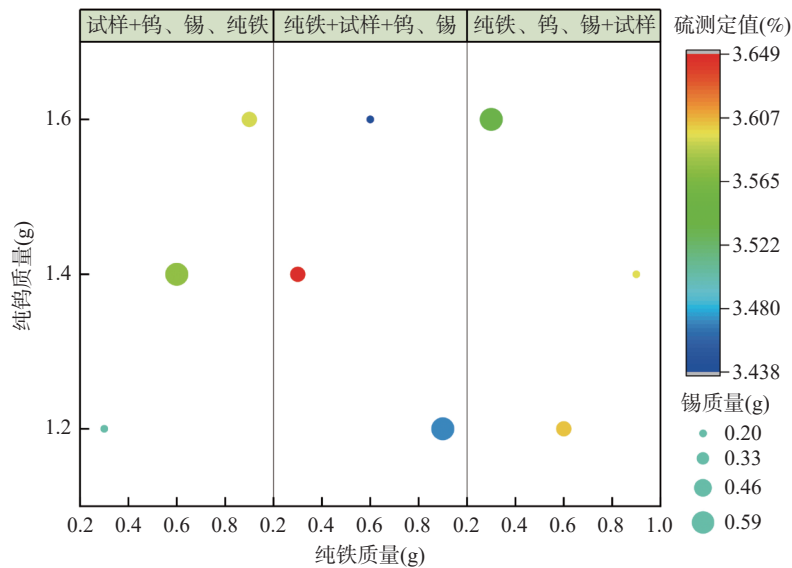


图4 四因素三水平正交实验设计及结果

Fig. 4 The orthogonal experiment design and results for 4 factors and 3 levels.

表 2 各因素不同水平正交实验结果统计

Table 2 The statistical results of orthogonal experiment for different levels of each factor.

四因素	三水平	分析指标 K 值(%)
纯铁质量 (g)	0.3	10.684
	0.6	10.615
	0.9	10.656
钨质量 (g)	1.2	10.575
	1.4	10.818
	1.6	10.562
锡质量 (g)	0.2	10.534
	0.4	10.842
	0.6	10.579
助熔剂和试样 加入顺序	试样+钨、锡、纯铁	10.668
	纯铁、钨、锡+试样	10.558
	纯铁+试样+钨、锡	10.729
最佳方法	纯铁质量 0.3g, 钨质量 1.4g, 锡质量 0.4g, 助熔剂和试样加入顺序为: 纯铁+试样+钨、锡	

注: K 为每个因素各个水平的硫含量测定值之和。

引起测定结果偏低^[25]。钨助熔剂的加入量为 1.4g 时, K 值最大, 为 10.818%。钨熔点高, 具有较高的热值且极易氧化燃烧, 可提高样品的热容量, 同时钨燃烧生成的氧化钨, 可覆盖在管道中从而减少管道对二氧化硫的吸附, 有利于硫的完全释放^[26]。锡具有较低的熔点 (232℃), 可通过降低体系熔点起

到较好的助熔效果, 防止燃烧飞溅, 同时锡可以增加样品燃烧时的流动性和包裹性, 有利于二氧化硫的释放^[27-28]。当锡助熔剂的加入量 0.4g 时, K 值最大为 10.842%。助熔剂加入顺序为纯铁+试样+(钨、锡) 时, K 值最大为 10.729%, 这可能是由于试样被助熔剂完全包裹时, 有利于样品燃烧完全, 且钨、锡在表面有助于硫的完全释放。因此, 确定最佳实验方案为: 加入 0.3g 纯铁、1.4g 钨和 0.4g 锡作为助熔剂, 且先加纯铁助熔剂, 再加入样品, 最后加钨和锡助熔剂。

2.2.3 称样量

样品的称样量对粉煤灰样品中硫含量的测定结果有直接影响。探究合适的称样量, 在保证试样熔融完全且硫全部释放的前提下, 还要保证样品的代表性, 才能获得精密度高、准确度好的测定结果。本实验选择 1# 校准样品, 按照上述实验方法, 保证其他分析条件不变, 称取 0.05 ~ 0.20g 样品进行硫含量的测定。由表 3 测定结果可知, 称样量低于 0.10g 时, 由于样品称样量太少, 不具有代表性且测量不确定度增大, 使得硫测定结果的 RSD(7.7%) 较大, 与张高庆等^[25]探究称样量对高频燃烧红外吸收法测定钒钛高炉渣中硫的影响规律相似; 称样量为 0.10 ~ 0.15g 时, 硫测定结果与认定值基本吻合, 且 RSD 在 2% 以内; 称样量为 0.15 ~ 0.25g 时, 硫测定结果有所降低。冯丽丽等^[26]提出, 若称样量太大, 样品燃烧不充分, 且硫释放不完全而导致测定结果偏低。因此, 本文实验确定称样量为 0.10g。

2.3 校准曲线和方法检出限

利用表 1 中配制的校准样品建立粉煤灰中硫含量测定的校准曲线,以硫的质量分数为横坐标,对应的积分面积为纵坐标,绘制校准曲线。校准曲线的线性回归方程为: $y=2194.4x+8.21$, 相关系数 $r=0.9998$ 。按实验方法连续测试空白 11 次,测得空白平均值为 0.00032%,空白标准偏差为 0.00012%,以 3 倍空白标准偏差计算得到方法检出限为 0.00036%,按 10 倍空白标准偏差可推算得到方法定量限为 0.0012%。

2.4 精密度实验和方法比对

按本文 1.3.4 节所述实验方法,对 S1、S2、S3 三个不同实际样品进行精密度实验,同时与 GB/T 1574—2007 中的硫酸钡质量法进行方法比对。由表 4 结果可知,本文方法测定结果的 $RSD(n=6)$ 均小于 3%,证明该方法精密度良好;本文方法与硫酸钡质量法测定结果基本吻合,验证了该方法的准确性。

3 结论

利用 SEM-EDS 技术发现粉煤灰中的硫主要与钙结合,因此采用了在粉煤灰样品基体中加入硫酸钙的形式制备人工合成校准样品,避免了采用高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中硫含量时,因标准样品基体不同造成的结果偏差;同时设计了助熔剂纯铁、钨、锡用量,助熔剂和试样的加入顺序共四因素三水平的正交试验,并考察了分析时间、称样量等关键分析参数的影响,建立了高频燃烧红外吸收法测定粉煤灰中硫含量的方法,实际样品的测定结果与国家标准中的硫酸钡质量法测定结果基本吻合。

采用本方法测定粉煤灰中的硫,操作简便,检测过程简便快捷,精密度高,准确度好。但本方法需要将少量硫酸钙与粉煤灰结合,因此如何简单、快速、有效地保证二者混合均匀需要进一步考察;同时,对于硫含量差别较大的样品是否可用同一条校准曲线,有必要开展进一步研究。

表 3 称样量对硫测定结果的影响

Table 3 The effect of sample mass on the results of sulfur determination.

称样量 (g)	硫含量 6 次测定值 (%)						硫含量测定平均值 (%)	RSD(%)
0.05	0.354	0.361	0.319	0.372	0.312	0.314	0.339	7.7
0.10	0.304	0.301	0.309	0.299	0.306	0.310	0.305	1.4
0.15	0.297	0.295	0.301	0.291	0.302	0.299	0.298	1.4
0.20	0.265	0.251	0.256	0.26	0.257	0.259	0.258	1.8
0.25	0.225	0.236	0.231	0.234	0.226	0.230	0.230	1.9

表 4 本文方法的精密度及与相关方法比对结果

Table 4 The precision of this method and the comparison results with other methods.

实际样品编号	本文方法硫含量 6 次测定值 (%)						硫含量测定平均值 (%)	RSD (%)	硫酸钡质量法测定值 (%)
S1	0.109	0.110	0.115	0.114	0.113	0.113	0.112	2.1	0.111
S2	0.508	0.501	0.509	0.496	0.506	0.509	0.505	1.0	0.501
S3	1.574	1.585	1.562	1.583	1.563	1.566	1.572	0.6	1.569

Determination of Sulfur in Fly Ash by High Frequency Combustion Infrared Absorption Spectroscopy with Matrix Matching

CAI Weiting, SONG Junpeng, ZHANG Minghui, WANG Anli*, RONG Wenna, LI Bei
(Tianjin Baogang Research Institute of Rare Earths Co., Ltd., Tianjin 300300, China)

HIGHLIGHTS

- (1) To avoid matrix effects, appropriate calibration samples were prepared, and the occurrence modes of sulfur in fly ash were investigated using SEM-EDS.
- (2) Calcium sulfate was added into the fly ash matrix to prepare calibration samples, to avoid the deviation caused by differences in the matrix.
- (3) The orthogonal experiment of 4 factors and 3 levels with different flux addition amounts and addition order were designed to determine the best experimental scheme.

ABSTRACT: Fly ash can be used as a concrete admixture. If the sulfur content in fly ash is too high, the volume of concrete will change, resulting in expansion cracking and other problems. Therefore, accurate determination of sulfur content in fly ash is of great significance for fly ash application. The sulfur content in fly ash is determined by the barium sulfate mass method, which has a complicated process, complicated operation, and strict requirements for personnel and operation. It was found that the sulfur in fly ash was mainly combined with calcium by SEM-EDS. In order to avoid the influence of the matrix effect, a synthetic calibration sample was prepared by adding calcium sulfate to the matrix of the fly ash sample. The sulfur content in fly ash was determined by the high frequency combustion infrared absorption method. To explore the best experimental scheme, the orthogonal test with 4 factors and 3 levels was designed. The 4 factors were quality of flux (iron, tungsten, tin), and the adding order of flux and sample. The influence of analysis time, sample weight and other parameters on the determination of sulfur content was also investigated. The calibration curve equation was $y=2194.4x+8.21$, the correlation coefficient was $r=0.9998$, the detection limit of the method was 0.00036% (mass fraction, the same below), and the limit of quantitation was 0.0012%. The relative standard deviation (RSD) of sulfur content in fly ash was 0.6%–2.1% and the results were consistent with those of the barium sulfate mass method. Compared with the barium sulfate mass method, this method is simple to operate and can be used to rapidly and accurately determine sulfur content in actual fly ash sample.

KEY WORDS: high frequency combustion infrared spectroscopy; fly ash; sulfur; flux; sample weight

参考文献

- [1] Guanghui L, Min L, Xin Z, et al. Hydrothermal synthesis of zeolites-calcium silicate hydrate composite from coal fly ash with co-activation of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -NaOH for aqueous heavy metals removal[J]. *International Journal of Mining Science and Technology*, 2022, 32(3): 563–573.
- [2] 罗文斌, 许晔, 李中林, 等. Ca/Si 对复合凝胶材料力学性能的影响及复合凝胶材料的水化机理[J]. *有色金属 (冶炼部分)*, 2025(1): 141–152.
- [3] 李敏, 彭晓彤, 林晨. 粉煤灰制备免蒸压加气混凝土配合比试验研究[J/OL]. *济南大学学报 (自然科学版)* (2024-12-12) [2025-02-03]. <https://doi.org/10.13349/j.cnki.jdxbn.20241211.001>.
- [4] Li M, Peng X T, Lin C, et al. Experimental research on proportioning of non-autoclaved aerated concrete prepared by using fly ash [J/OL]. *Journal of University of Jinan (Science and Technology)* (2024-12-12) [2025-02-03]. <https://doi.org/10.13349/j.cnki.jdxbn.20241211.001>.

- [4] Wang X Y, Lv J Z, Yang J C, et al. Synergistic effects of ground granulated blast furnace slag and circulating fluidized bed fly ash in lime-activated cementitious materials[J]. *Case Studies in Construction Materials*, 2025, 22: e04259-e04259.
- [5] 王效渊, 张凯信, 雷钰, 等. 高硫粉煤灰-水泥气泡材料电化学阻抗特性的试验研究[J]. *混凝土*, 2021(4): 82-86.
Wang X Y, Zhang K X, Lei Y, et al. Experimental study on electrochemical impedance characteristics of lightweight materials with high sulfur fly ash and cement bubbles[J]. *Concrete*, 2021(4): 82-86.
- [6] Chi M, Huang R. Effect of circulating fluidized bed combustion ash on the properties of roller compacted concrete[J]. *Cement & Concrete Composites*, 2014, 45: 148-156.
- [7] 李阳春, 庞雪飞. 硅烷偶联剂改性超细粉煤灰增强泡沫混凝土防水和隔热性能研究[J]. *塑料科技*, 2024(12): 77-80.
Li Y C, Pang X F. Waterproof and thermal insulation performance study of foam concrete reinforced by ultrafine fly ash modified by silane coupling agent[J]. *Plastics Science and Technology*, 2024(12): 77-80.
- [8] Carneiro G, Bier T, Waida S, et al. Treatment of energy from waste plant fly-ash for blast furnace slag substitution as a supplementary cementitious material [J]. *Journal of Cleaner Production*, 2025, 490: 144693.
- [9] 武宏香, 刘东艳, 刘颖, 等. 红外光谱法测定煤灰中硫含量的研究[J]. *煤质技术*, 2018(4): 23-26.
Wu H X, Liu D Y, Liu Y, et al. Determination of sulfur content in coal using infrared spectroscopy[J]. *Coal Quality Technology*, 2018(4): 23-26.
- [10] 耶曼, 李婧, 马怡飞, 等. 高频红外碳硫仪快速测定镍铅锌矿石中的硫含量[J]. *岩矿测试*, 2022, 41(4): 680-687.
Ye M, Li J, Ma Y F, et al. Rapid determination of sulfur in nickel-lead-zinc ore by high-frequency infrared carbon and sulfur analyzer[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2022, 41(4): 680-687.
- [11] 张高庆, 王录锋. 高频燃烧红外吸收法测定二硼化钛中硫[J]. *冶金分析*, 2023, 43(10): 41-46.
Zhang G Q, Wang L F. Determination of sulfur in titanium diboride by high frequency combustion infrared absorption method[J]. *Metallurgical Analysis*, 2023, 43(10): 41-46.
- [12] 陈倩倩, 张毅, 张健豪, 等. 高频感应燃烧红外吸收光谱法测定碳化硼增强铝基复合材料中碳[J]. *中国无机分析化学*, 2024, 14(11): 1576-1580.
- Chen Q Q, Zhang Y, Zhang J H, et al. Determination of carbon in boron carbide reinforced aluminum matrix composites by high-frequency induction combustion infrared absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2024, 14(11): 1576-1580.
- [13] 王林, 王楠. 高频燃烧红外吸收法测定铜铅锌多金属矿中的碳、硫[J]. *中国无机分析化学*, 2024, 14(11): 1563-1568.
Wang L, Wang N. Determination of carbon and sulfur in copper-lead-zinc polymetallic ores by high frequency combustion infrared absorption method[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2024, 14(11): 1563-1568.
- [14] 王勇, 李子敬, 刘林, 等. 攀西地区钒钛磁铁矿中硫含量测定方法优化[J]. *岩矿测试*, 2024, 43(3): 524-532.
Wang Y, Li Z J, Liu L, et al. Optimization of sulfur determination in vanadium-titanium magnetite ore in the Panxi area[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2024, 43(3): 524-532.
- [15] Yang S, Gu J, Qian B, et al. Facile synthesis of layered spinel ferrite from fly ash waste as a stable and active ketonisation catalyst[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2024, 502: 157797.
- [16] 李建红. 高频燃烧红外吸收法快速测定煤灰中三氧化硫研究[J]. *煤质技术*, 2016, 5(3): 18-20.
Li J H. Rapid determination of sulfur trioxide in coal ash using high frequency combustion infrared absorption method[J]. *Coal Quality Technology*, 2016, 5(3): 18-20.
- [17] 李华昌, 王东杰, 汤淑芳, 等. 基体稀释法控制 RE_xO_y 中 REO 及 REX/REO 标准样品的制备技术[J]. *稀有金属*, 2024, 48(3): 448-456.
Li H C, Wang D J, Tang S F, et al. Preparation technique for reference samples of REO and REX/REO in RE_xO_y controlled by matrix dilution method[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2024, 48(3): 448-456.
- [18] 游俊富, 孙希皎, 曹永明. 粉末样品中某些杂质元素的同时素稀释二次离子质谱定量分析方法的研究[J]. *质谱学报*, 1992, 13(1): 40-43.
You J F, Sun X J, Cao Y M. A study on quantitative method for analysis some impurities in powder samples with ID-SIMS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 1992, 13(1): 40-43.
- [19] 丁爱娟, 郑诗礼, 马淑花, 等. 循环流化床锅炉粉煤灰中硫的赋存状态研究[J]. *矿产综合利用*, 2013(2): 58-62.
Ding A J, Zheng S L, Ma S H, et al. Study on occurrence of sulfur in fly ash from circulating fluidized bed

- boiler[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2013(2): 58–62.
- [20] 刘迪, 吴锁贞. 粉煤灰中硫形态的 X 射线荧光光谱法初探[J]. *常熟理工学院学报*, 2006, 20(2): 94–101.
- Liu D, Wu S Z. The Introduction of several X-ray diffraction techniques[J]. *Journal of Changshu Institute of Technology*, 2006, 20(2): 94–101.
- [21] 肖超, 卢忠远, 徐迅, 等. 机械粉磨对固硫灰中 II—CaSO₄ 晶体特性的影响[J]. *人工晶体学报*, 2015, 44(5): 1277–1283.
- Xiao C, Lu Z Y, Xu X, et al. Influence of mechanical grinding on properties of II—CaSO₄ crystal residing in circulating fluidized bed combustion fly ashes[J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2015, 44(5): 1277–1283.
- [22] 郝慧聪, 杨帆, 张秀艳, 等. 高频燃烧红外吸收法测定氟化镨钆-氟化锂电电解质中碳[J]. *冶金分析*, 2024, 44(8): 53–58.
- Hao H C, Yang F, Zhang X Y, et al. Determination of carbon in praseodymium neodymium fluoride-lithium fluoride electrolyte by high-frequency combustion infrared absorption method[J]. *Metallurgical Analysis*, 2024, 44(8): 53–58.
- [23] 殷艺丹, 李晖, 张健康, 等. 高频燃烧红外吸收光谱法测定高纯铝粉中碳含量[J]. *中国无机分析化学*, 2021, 11(1): 68–72.
- Yin Y D, Li H, Zhang J K, et al. Determination of carbon in high purity aluminum powder by high-frequency combustion infrared absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2021, 11(1): 68–72.
- [24] 常国梁, 刘攀, 张毅. 高频感应燃烧-红外吸收光谱法测定蒙乃尔镍铜合金中碳[J]. *冶金分析*, 2020, 40(7): 16–21.
- Chang G L, Liu P, Zhang Y. Determination of carbon in Monel nickel-copper alloy by high frequency induction combustion infrared absorption spectroscopy[J]. *Metallurgical Analysis*, 2020, 40(7): 16–21.
- [25] 张高庆, 王录锋. 高频燃烧红外吸收法测定钒钛高炉渣中硫[J]. *冶金分析*, 2022, 42(4): 14–18.
- Zhang G Q, Wang L F. Determination of sulfur in vanadium-titanium bearing slag by high frequency combustion infrared absorption method[J]. *Metallurgical Analysis*, 2022, 42(4): 14–18.
- [26] 冯丽丽, 宋飞, 张庆建, 等. 高频燃烧红外吸收光谱法测定铅精矿中的硫[J]. *中国无机分析化学*, 2021, 11(6): 46–50.
- Feng L L, Song F, Zhang Q J, et al. Determination of sulfur in lead concentrate by high frequency combustion infrared absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2021, 11(6): 46–50.
- [27] 刘林, 王勇. 高频燃烧红外吸收法测定攀西地区钛精矿中硫[J]. *冶金分析*, 2024, 44(6): 74–80.
- Liu L, Wang Y. Determination of sulfur in titanium concentrate from Panxi area by high frequency combustion infrared absorption method[J]. *Metallurgical Analysis*, 2024, 44(6): 74–80.
- [28] 费发源, 马兴娟, 范志平, 等. 高频燃烧红外吸收光谱法测定一水硬铝石型高硫铝土矿中的硫[J]. *湿法冶金*, 2022, 41(6): 558–561.
- Fei F Y, Ma X J, Fan Z P, et al. Determination of sulfur in diasporite bauxite containing sulfur by high frequency combustion-infrared absorption spectrometry[J]. *Hydrometallurgy of China*, 2022, 41(6): 558–561.