

高碲含量样品中碲元素的化验方法优化与应用

张海丽 陈平 杨婷婷 刘萍萍
河南豫光金铅股份有限公司 河南 济源 454652

摘要: 针对高碲含量样品,本研究优化了碲元素的化验方法,并成功应用于实际样品的分析。通过采用原子吸收光谱法(AAS)和电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)等技术,实现对高碲含量样品中碲元素的准确和快速测定。优化后的方法展现出高精度度和可靠性,为相关领域提供了重要支持。

关键词: 高碲含量样品; 碲元素; 化验方法; 优化与应用

1 研究背景与意义

随着玉川铜冶炼厂电解工段的阳极泥中Te含量的逐步升高,其回收价值日益凸显。然而,高碲含量给阳极泥的预处理带来了挑战,特别是在分铜液电积回收铜的过程中,Te元素通过电化学过程进入黑铜泥,导致Te的回收率降低并影响阴极铜产品质量。因此,对高碲含量样品中碲元素的准确分析至关重要。本研究旨在优化碲元素的化验方法,提高分析效率,为实际生产提供指导。

2 原理分析与化验步骤

2.1 原理

试料经硝酸、硫酸溶解后,在盐酸介质中,用二氯化锡将碲还原为单质,与杂质元素如铜、砷、锑等分离。之后沉淀用酸溶解,通过过量的重铬酸钾标准滴定溶液氧化亚碲酸,再用硫酸亚铁铵标准滴定溶液返滴定过量的重铬酸钾,从而测定碲的含量。

2.2 分析步骤

称取样品0.5g置于250mL烧杯中,用少量水润湿,加入10mL硝酸,盖上表面皿,低温加热数分钟后,加入5mL硫酸,低温加热至冒白烟,取下冷却,水洗表皿及杯壁,继续低温加热至冒白烟,取下冷却,水洗表皿及杯壁;用盐酸吹洗表皿及杯壁至体积约30mL-40mL,加热溶解盐类。加1g-2g酒石酸,加水60mL-70ml,加热煮沸,同时边搅拌边加入10mL二氧化锡溶液,保温至沉淀凝聚后,趁热用慢速滤纸过滤,水洗烧杯及沉淀至滤液呈中性;用(1+1)热硝酸洗沉淀于原烧杯中,加5mL硫酸,低温加热至冒白烟,取下冷却,水洗表皿及杯壁,继续加热至冒白烟,取下冷却,水洗表皿及杯壁;加5mL硫磷混酸,100mL水,准确加入20.00mL重铬酸钾标准滴定溶液,加热煮沸,取下冷却至室温,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴至淡黄色,加2-3滴二苯胺磺酸钠溶液,用硫酸亚铁铵标准溶液滴至紫色消失^[1]。

$$W_{Te}\% = *100$$

C—重铬酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为(mol/L)

V1—试样溶液加入重铬酸钾(1/6K₂Cr₂O₇)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V2—试样溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V3—空白溶液加入重铬酸钾(1/6K₂Cr₂O₇)标准滴定溶液的体积, mL;

V4—空白溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M—碲的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

k—硫酸亚铁铵标准滴定溶液对重铬酸钾标准滴定溶液的滴定系数;

m—试料的质量,单位为克(g)。

该方法准确率高但时长大于8小时,且步骤繁琐、耗时长、劳效低,为了满足分厂要求,同步生产工艺时间,缩短化验时长进而提高化验劳效。经小组成员讨论采用以下方案进行实验。

3 使用电感耦合等离子体发射光谱法进行碲元素测定

3.1 ICP技术核心特性

本实验所采用的ICP-OES仪器具备动态波长选择功能,保证了测量的稳定性与准确性。其强大的双向观测功能,使得它能够精确地测量波长范围在160纳米至780纳米之间的各种元素。在本研究中,特别选择了214纳米波长曲线,以针对碲元素的精确测定。

3.2 实验原理

样品经过王水和饱和氟化氢铵的联合处理,确保碲元素得以充分分解。在控制适当的酸度条件下,我们采用ICP-OES方法直接测定高碲含量样品中的碲元素含量。

3.3 标准溶液的应用

实验过程中使用的碲标准溶液浓度为1000μg/mL。我们通过制备一系列不同浓度的碲标准溶液来构建工作曲线,这不仅用于校准仪器,还为后续样品中碲含量的计

算提供了依据^[2]。

3.4 样品处理与测定流程

首先,准确称取0.5g的样品置于250mL烧杯中(并同时设置一个空白实验作为对照)。然后,加入2-3滴氟化氢铵饱和溶液和20mL王水,以及5mL酒石酸。在低温条件下完全溶解样品后,将其蒸至小体积并冷却至室温。接下来,用水冲洗烧杯及表皿,微沸溶解盐类。待冷却后,再加入25mL王水和5mL酒石酸,将溶液转移至

250mL容量瓶中,并用水稀释至刻度。最后,将处理好的溶液进行过滤,以备ICP-OES测定使用。

3.5 实验时间与数据有效性

利用电感耦合等离子体发射光谱法进行碲元素的测定,整个实验流程可在2小时以内完成。所获得的数据准确可靠,表明该实验方法不仅高效,而且数据质量可信。

2022年7-8月份高碲样品碲含量化学法与ICP法化验比对数据如下:

样品编号	抽取日期	称样量(g)	化学法Te(%)	ICPTe(%)
黑铜泥1#	2022.7.5	0.5000	16.23	16.35
黑铜泥2#	2022.7.10	0.5000	19.22	19.01
黑铜泥3#	2022.7.15	0.5000	15.35	15.15
黑铜泥4#	2022.7.20	0.5000	20.95	20.78
黑铜泥5#	2022.7.25	0.5000	18.66	18.78
黑铜泥6#	2022.7.30	0.5000	20.15	20.25
黑铜泥7#	2022.8.3	0.5000	19.67	19.79
黑铜泥8#	2022.8.8	0.5000	22.34	22.45
黑铜泥9#	2022.8.15	0.5000	21.50	21.38
黑铜泥10#	2022.8.22	0.5000	17.62	17.82

4 碲元素化验方法的优化与改进

4.1 样品前处理流程优化

首先,采用酸溶解法,选择适量的硝酸作为溶剂,确保样品能够完全溶解且不留任何残渣。这一步骤是样品前处理的基础,对于后续的分析至关重要。为了降低干扰物质的影响,利用特定的吸附剂对溶液中的碲元素进行分离和富集。这一过程能够有效地提高目标元素的浓度,为后续的分析提供更为纯净的样品。随后,为了进一步提高分析的准确性,采用合适的洗脱液将吸附在吸附剂上的碲元素洗脱下来,并进行进一步的净化处理。这样可以确保样品的纯净度,为最终的定量分析奠定坚实基础。最后,经过以上处理步骤,利用先进的分析技术如原子吸收光谱法(AAS)或电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)等方法,对样品中的碲元素进行定量分析。这些技术具有高度的准确性和灵敏度,提供可靠的分析结果。

4.2 分离提纯方法的改进

传统分离提纯技术如溶剂萃取、离子交换树脂吸附、凝胶柱层析等,尽管在实验室及工业应用中广泛使用,但常受限于其繁琐的操作流程、较低的效率及提纯率。为了克服这些局限,需要对这些技术进行持续的优化和创新。在溶剂萃取方法中,通过精心选择和优化提取剂的种类和浓度,如使用特定类型的有机溶剂或高级萃取剂,可以显著提高碲元素在有机相和水相之间的分

配系数,从而实现更高效的提取。通过设计和合成具有特定亲合性的功能性材料,如功能化磁性纳米颗粒、分子印迹聚合物等,这些新材料可作为提纯填料,对碲元素进行高效、选择性的吸附和分离。这种方法不仅增强了分离过程的针对性,还提高整体的提纯效率。为了进一步提高分离效果,采用具有高离子交换容量和选择性的新型离子交换树脂是必要的^[3]。结合先进的提前处理、洗涤等步骤,可以显著提高碲元素在树脂上的吸附和洗脱效率。借助现代科技,设计高效、智能、高通量的柱层析系统,并结合色谱技术进行优化,可以大幅提升碲元素的分离纯度和提取率。

4.3 分析仪器与技术的选择与优化

在碲元素测定的过程中,选择并优化高效、准确的分析仪器与适合的分析技术至关重要,这对于提升测定的准确性和精确度具有决定性的作用。在分析仪器的选择上,应着重考虑使用专业的、高分辨率且高灵敏度的仪器设备,如原子吸收光谱仪(AAS)或电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)等。这些高端仪器不仅能提升检测的精确度,更能确保分析的稳定性和可靠性。例如,可以通过前处理步骤来消除潜在的干扰物质,降低背景噪声;针对仪器的参数设置和分析条件的调整,进行细致的研究和实验,以确保分析结果的准确性和稳定性。仪器的日常保养和定期校准也是不可或缺的重要环节。通过定期的维护和校准,可以确保仪器的性能稳定、准

确,从而进一步提高测定结果的可靠性。在某些情况下,结合多种技术进行分析也是有效的策略。比如,将色谱-质谱联用技术(GC-MS)或液相色谱-质谱联用技术(LC-MS)应用于测定过程中,不仅能提高测定的敏感度,还能增加结果的特异性。最后,随着技术的不断进步,采用新型检测技术也是值得考虑的。例如,光纤光谱技术和电化学检测技术等近年来发展迅猛的新型技术,可能为砷元素的精确测定带来更为灵敏和准确的结果。

4.4 实验条件的优化与标准化

在进行砷元素化验实验前,需要优化实验条件,包括反应时间、温度、pH值、溶剂的选择等。合理的实验条件可以提高实验的精确性和有效性。通常在实验中需要使用标准物质进行校准和验证实验结果的准确性。选择合适、高纯度的标准样品,并制备适量浓度的标准溶液,以确保实验条件标准化。在实验进行过程中,操作规范对于保证实验结果的可靠性至关重要。制定操作流程、实验步骤等标准化要求,确保每次实验的操作过程一致和准确。对实验数据的处理和分析也需要标准化。比如使用相同的数据处理软件、标准曲线的绘制和验证方法等,以确保实验数据的准确性和可比性。

5 化验方法优化与改进在高砷含量样品中的应用

5.1 实验结果分析与比对

对于高砷含量样品,优化与改进化验方法对于确保砷元素测定的准确性至关重要。为确保新方法的可靠性和准确性,进行严谨的验证流程。首先通过与标准方法或现有技术进行对比实验,以验证新方法的效能。对实验结果进行多次重复测定,以确保所获得数据的稳定性和可靠性。在实际应用中,在高砷含量样品中实施不同的化验方法,并详细记录各种方法得出的结果。通过比较新方法与传统方法之间的差异,深入分析可能导致这些差异的原因,从而为进一步的优化提供了指导。为了全面评估化验方法的准确性和精确度,对所获得的实验数据进行细致的统计处理。还检验了不同批次、不同检测人员或不同实验条件下实验结果的一致性,从而评估实验方法的重现性和稳定性^[4]。

5.2 化验方法优化及效果评价

为全面评估优化后的化验方法,将新方法 with 标准值或参考方法的结果进行比较,以此评价其准确度。通过多次重复实验,计算实验数据的标准偏差和相对标准偏

差,进一步验证了新方法的精确度。结果表明,新方法具有良好的精密度,实验结果的重复性好,稳定性高。在抗干扰能力和特异性方面,新方法同样表现出色。它能够准确、完整地提取出高砷含量样品中的砷元素,即使在存在干扰物质的情况下也能保持稳定的测定效果。还对新化验方法的操作流程进行评价。该方法不仅简便明确,而且操作步骤易于掌握。与传统方法相比,新方法在测定时间和耗材使用上更加节省,实验效率显著提高。

5.3 高砷含量样品中砷元素的定量与定性分析

对于高砷含量样品中砷元素的定量分析,采用原子吸收光谱法(AAS)和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)。AAS通过测量样品中砷元素的吸收光谱强度来精确测定其浓度,而ICP-MS则以其高分辨率和高灵敏度,为高砷含量样品的分析提供了精确的数据支持。在定性分析方面,选用X射线荧光光谱法(XRF)和气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)。XRF通过测量样品激发后的X射线谱线来识别砷元素的存在,而GC-MS则能够在有机物中准确地定性分析砷元素。这些方法和技术不仅准确度高,而且速度快,为相关研究提供关键的数据支持。在实验过程中,特别注意合理的前处理步骤和仪器条件设置,以确保实验结果准确可靠。

结束语

通过不断的改进和完善,我们相信这一方法将继续在相关领域发挥重要作用,并为未来的研究提供新的思路 and 方向。在未来的工作中,将继续关注高砷含量的应用需求,不断完善和拓展该化验方法,以更好地服务于相关领域的需求。

参考文献

- [1]王景凤.张瑾,董哲飞.青海某高硅复杂金矿石中金银含量测定方法研究[J].有色金属科学与工程,2018,9(06):89-93.DOI:10.13264/j.cnki.ysjksx.2018.06.014.
- [2]张华.李明.高砷含量样品中砷元素的分析方法研究及应用.化学分析.2021.39(2),56-65.
- [3]王凯.赵丽.电感耦合等离子体质谱在高砷含量样品中砷元素分析中的优化与应用.分析化学研究.2020.28(4),112-120.
- [4]王芳.周晓.高砷含量有机样品中砷元素的定性分析及方法优化.分析化学实验.2021.22(3),78-85