



阳极化扫描极谱法测定矿石中的碲

涂文志, 章淑荣, 姚亚东

(中国地质科学院成都矿产综合利用研究所, 四川 成都 610041)

摘要: 本文在资料^[4]的基础上, 于 pH1.5 的盐酸联苯胺与高氯酸底液中, 用抗坏血酸代替氮气, 选用阳极化扫描, 导数极谱法测定碲, 使其测量范围由含 $\text{Te} 4\mu\text{g/mL}$ 扩大为 $40.0\mu\text{g/mL}$ 。并以四川石棉辉碲矿样为试验样品建立了其分析步骤。

关键词: 碲; 测定; 极谱法; 阳极化扫描; 抗坏血酸

中图分类号: O657.14 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-6532(2000)06-0045-04

碲一直被认为不能形成独立矿床、只是以伴生方式赋存于其他元素矿床内的分散元素。因而在以往工作中, 已有的碲的测定方法多以比色法^[1]或催化极谱法^[1]为主。高含量碲的测定, 虽有容量法^[2~3], 其他方法报道却并不多。

1992 年, 在四川石棉发现了首例独立的碲矿床, 引起了国内外广泛关注。我们在承担该矿物样品的分析测试中, 对矿石中含量较高的碲的测定方法, 不断地进行了探索研究。发现将资料^[4]介绍的方法改用阳极化扫描, 并用抗坏血酸代替氮气, 同样以导数极谱法进行测定, 可使其测量范围由含 $\text{Te} 4.0\mu\text{g/mL}$ 扩大为含 $\text{Te} 40.0\mu\text{g/mL}$ 。以四川石棉辉碲矿样为试验样品, 本法测定结果与其他两种方法所测得的结果十分相近。碲浓度在 $0.0\sim 40.0\mu\text{g/mL}$, 与波高成线性关系。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

JP-2 示波极谱仪; 三电极系统;

精密 pH 试纸: $0.5\sim 5.0$;

盐酸联苯胺: 0.4% 水溶液, 称取 0.4000g 盐酸联苯胺于 50mL 烧杯中, 加 40mL 水和 10 滴盐酸溶解后, 移入 100mL 容量瓶中, 水稀至刻度, 摇匀。

抗坏血酸: 10% 水溶液;

高氯酸: 浓;

氨水: $1+1$; 浓; 甲基紫指示剂: 0.1% 水溶液;

次亚磷酸钠: 固;

酒石酸: 固;

氯化亚锡: 20% , $(1+1)$ 盐酸溶液;

砷标准溶液: 1.000mg/mL ; 碲标准溶液: 称取 0.1000g 金属碲 (99.99%) 于 100mL 烧杯中, 加 $\text{HNO}_3 10\text{mL}$, 低温溶解完全后, 补加 $\text{HNO}_3 5\sim 10\text{mL}$, 用水稀释至 $50\sim 60\text{mL}$ 左右, 盖上表皿, 加热煮沸, 冷却, 移入 100mL 容量瓶中, 洗净烧杯, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液含 $\text{Te} 1.0000\text{mg/mL}$ 。用时,

稀释成含 $\text{Te} 10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。

聚乙烯醇溶液: 0.1%。

2 实验方法

吸取碲标准溶液 $250 \mu\text{g}$ 于 50mL 烧杯中, 加高氯酸 2mL , 电热板上低温处蒸至冒高氯酸烟, 取下, 加氢溴酸 2mL , 继续蒸至冒高氯酸烟, 取下, 用水冲洗杯壁, 再蒸至冒高氯酸烟, 取下冷却; 加 0.4% 盐酸联苯胺 3.0mL , 10% 抗坏血酸 2.0mL , 加水至 15mL 左右, 加 2 滴甲基紫指示剂, 用 (1+1) 氨水调至蓝色, 加 2 滴 0.1% 聚乙烯醇溶液, 用水稀释至 25mL , 摇匀。再用精密 pH 试纸检查溶液 $\text{pH}=1.5$ (用氨水或高氯酸调节)。于原点电位 -0.60V 处, 阳极化扫描, 导数测其波高。碲与盐酸联苯胺的示波极谱图形见图 1。

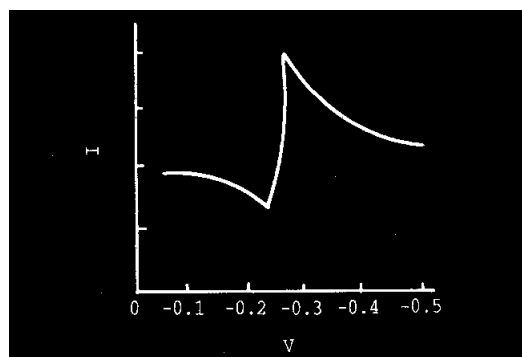


图 1 Te 与盐酸联苯胺阳极化示波极谱图

碲的浓度在 $0.0 \sim 40.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内, 波高与浓度成良好的线性关系, 见图 2。

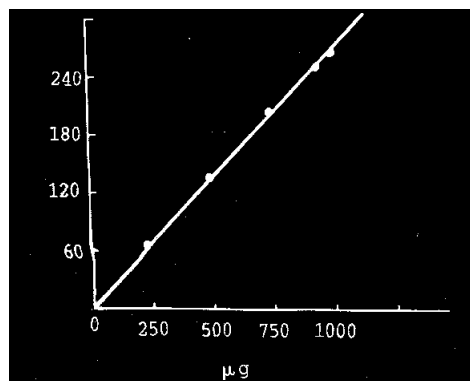


图 2 碲的校正曲线
万方数据

3 实验结果与讨论

3.1 底液条件的选择

3.1.1 溶液 pH 值的选择

按实验方法, 改变溶液 pH 值, 其结果见图 3~4。

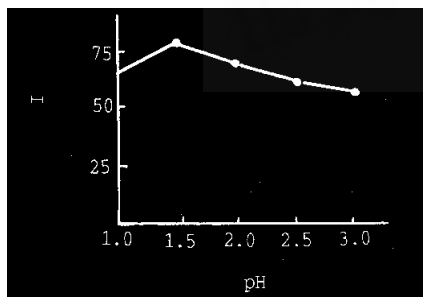


图 3 溶液 pH 对峰电流的影响

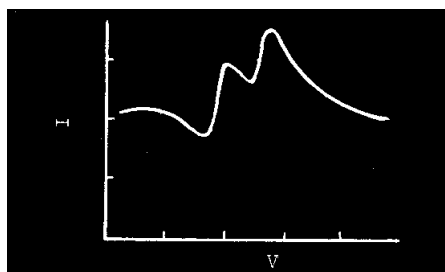


图 4 $\text{pH} > 2$ 时, 碲与盐酸联苯胺示波波形

从图中可以看出, 溶液 pH 值对峰电流影响较大, $\text{pH} 1.5$ 时, 峰电流最大, $\text{pH} > 2$ 时, 波变为两节且有所降低。必须严格控制。本文选定溶液 pH 值为 1.5。

3.1.2 盐酸联苯胺与抗坏血酸用量

按实验方法, 分别改变盐酸联苯胺或抗坏血酸的用量, 结果见图 5~6。

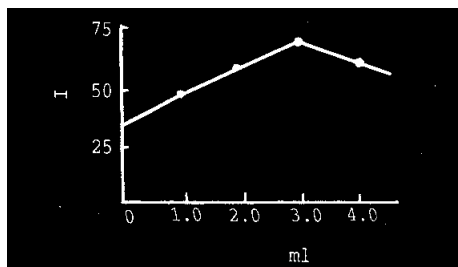


图 5 盐酸联苯胺用量对峰电流的影响

从图 5 可以看出, 溶液中引入盐酸联苯胺使波高增大, 当加入 3.0mL 时, 波高最大, 故本法选定加入 3.0mL 盐酸联苯胺。

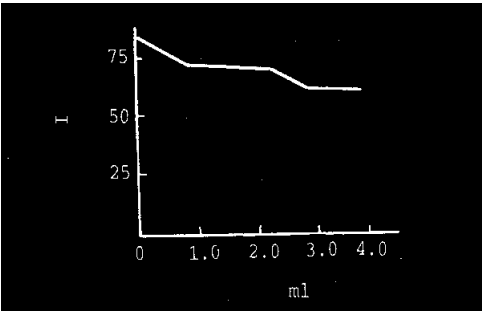


图 6 抗坏血酸用量对峰电流的影响

图 6 表明,加入抗坏血酸,波高略有降低,但在 1.0~2.5mL 内,波高稳定。故加入 2.0mL 抗坏血酸为宜。

3.2 干扰离子试验

试验了 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Bi^{5+} 等 10 多种可变价阳离子的干扰,发现均较为严重。但样品经碲共沉淀分离后,采用两次氢溴酸挥发除去砷、硒、锡等的干扰。故本文样品分析仍采用碲共沉淀分离,以消除干扰元素。

3.3 用不同方法测定不同试验样品的结果比较

我们用四川石棉辉碲铋矿经我所选矿用浮选工艺所获得的 K_1 、 K_2 、A 三个不同含量的样品为试验样品,分别用本法、容量法以及 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-NaCl-NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 底液极谱法进行了碲的含量测定。测定结果见附表。

附表 用不同方法测定碲的结果比较

样品编号	本 法 测定结果 Te/%	容量法 测定结果 Te/%	$\text{H}_2\text{SO}_4\text{-NaCl-NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 底液极谱法 测定结果 Te/%
K1	16.42	16.27	16.42
	16.68	16.33	16.67
K2	15.52	15.59	15.39
	15.64	15.63	15.53
A	1.54	1.57	1.42
	1.46	1.31	1.36

从表中可以看出,本法与其他两种方法测定结果基本相同。

样品 K1 为浮选精矿,K2 为手选富矿,A 为我所完成的四川石棉辉碲铋矿选矿工艺研究试验的原矿样品,经几十次用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-NaCl-NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 底液法测定,测得其含碲为 $(1.40\pm0.02)\%$ 。

4 分析步骤

称取试样 0.1000g 于 150mL 烧杯中,用少许水润湿,加盐酸 10mL,低温溶解 10min,加 10~15mL 硝酸,继续加热溶解至试样完全分解,取下用水冲洗杯壁,加 (1+1) 硫酸 10mL,置电热板上蒸至冒 SO_3 白烟,取下稍冷,用 (1+2) 硫酸冲洗杯壁,再蒸至冒浓厚的 SO_3 白烟 5min 左右,取下冷却,加 (1+1) 盐酸 50mL,酒石酸 2g,加热至溶液清亮,趁热滴加 20% 氯化亚锡至溶液无色或浅黄色,加 2.0mg 砷溶液,2.0g 次亚磷酸钠加热煮沸,并保温 30min,取下冷却静置 2h 以上,用慢速定量滤纸过滤,用含 2% 次亚磷酸钠的稀盐酸洗涤该烧杯和沉淀各 5~7 次,再用水洗 2~3 次,沉淀用微沸的 (1+1) 逆王水溶解于原烧杯中,用热水洗至滤纸无黄色(控制体积 50~60mL),盖上表皿,加热至沸,取下冷却至室温,移入 100mL 容量瓶中,洗净烧杯,用水稀释至刻度摇匀。

吸取 2.0~10.0mL 溶液于 50mL 烧杯中,加高氯酸 2.0mL,在电热板上蒸至冒高氯酸烟,取下加氢溴酸 2~5mL,在电热板上蒸至冒高氯酸烟(重复加氢溴酸一次),取下稍冷用水冲洗杯壁,再于电热板上蒸至冒高氯酸烟,取下冷却加 0.4% 盐酸联苯胺 3.0mL,余下同实验方法操作,进行测定。按标准曲线法计算结果。

标准曲线的绘制:分别吸取碲标准溶液 0.0、250、500、750、1000 μg 于 50mL 烧杯中,加高氯酸 2.0mL,以下同实验方法操作进行测定,绘制标准曲线。

5 结 语

由于我所没有含碲标样,较高含量碲的矿石标样更是未见报道,因而本法未能用标样来进行验证。不过,试验样品中,A 样已经几十次用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-NaCl-NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 底液法测定,其结果为 $\text{Te}\%=1.40\pm0.02$,与本法结果 $\text{Te}\%=1.50$,误差在允许范围之内。

另外,试验中,我们还发现对不含铜和铋含量 $<2\%$ 的矿石样品,如试验样品中的 A 样品,经王水溶解后,不需用砷共沉淀进行分离,直接吸取适量试液按本法进行测定,也可获得满意的结果,这样便大大地缩短了分析时间。

此外,应注意,几次高氯酸冒烟温度不能太高,时间不能太长,刚刚冒烟即可,否则结

果重现性不好。

〔参 考 文 献〕

- 1 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析[M]. 北京:地质出版社,1991
- 2 GB2145-80 国家标准[S]. 1981(10)
- 3 李绍荣,等. 分析化学,1975(3)
- 4 矿产综合利用研究所. 矿物原料分析[R]. 1972(1)

Determination of Tellurium in Ore by Anodization Scan Polarography

TU Wen-zhi, ZHANG Su-rong, YAO Ya-dong
(Chendu Institute of Multipurpose Utilization of Mineral
Resources, CAGS, Chendu, Sichuan, China)

Abstract: At pH=1.5 of medium with benzidine chloride and perchloric acid, using ascorbic acid to replace nitrogen, and adopting anodization scan and derivation polarography, tellurium can be determined up to $40\mu\text{g/mL}$. Determination of tellurium in tetradymite was performed by the method.

Key words: Tellurium; Determination; Polarography; Anodization scan; Ascorbic acid