

# 铀(VI)-PAN, OP-10 络合物 体系的分光光度法研究

江淑芙 李缙扬 李庆峰

(山东大学化学系)

铀(VI)-PAN 络合物不溶于水,在非离子型表面活性剂 OP-10 存在下,可胶束“增溶”在水溶液中直接测定,摩尔吸光系数为  $1.85 \times 10^4$ 。文中研究了用 EDTA 作为掩蔽剂消除干扰离子影响的方法。

**关键词** 铀, PAN, OP-10, “增溶”。

在弱碱性介质中,铀(VI)与 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]作用形成红色不溶于水的络合物,通常用有机溶剂萃取后<sup>[1]</sup>分光光度测定;或用乙醇作溶剂直接测定<sup>[2,3]</sup>。近年来,利用非离子型具有聚氧乙烯基亲水基团的表面活性剂能使难溶性络合物采用胶束“增溶”法在水溶液中进行测定<sup>[4,5]</sup>。这样既简化了分析步骤,又减少了引入误差的可能性。本文用非离子型表面活性剂——聚氧乙烯壬基苯酚醚(即 OP-10),使铀(VI)-PAN“增溶”于水溶液中,研究了其测定条件。结果表明,此络合物的最大吸收波长在 550 nm 处,摩尔吸光系数为  $1.85 \times 10^4$ 。铀含量在 (0—60)  $\mu\text{g}/25 \text{ ml}$  内遵守比尔定律,桑德尔灵敏度为  $0.0127 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

本文还探讨了某些常见离子存在下所引起的干扰,以及消除这些干扰的方法。实验证明,用 EDTA 能有效消除上述离子的干扰并得到满意的分析结果。

## 实 验 部 分

### 仪 器 及 试 剂

1. 仪器 国产 72 型分光光度计; 25 型酸度计。

2. 试剂 铀标准溶液 准确称取分析纯醋酸铀酰 0.4140 克溶于 10 ml 5 M 醋酸溶液,稀释于 100 ml 容量瓶中,此贮备液浓度为  $1.0 \times 10^{-2} \text{ M}$ 。使用时稀释至所需浓度。

0.1% PAN 溶液 称取 0.2 克 PAN 溶于 200 ml 无水乙醇中;必要时用玻璃丝过滤。

10% OP-10 水溶液 称取化学纯 OP-10  $\left[ \text{C}_9\text{H}_{19}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{10}\text{H} \right]$  10 克溶于 90 克水中。

缓冲溶液 配制 2 M  $\text{NH}_4\text{Cl}$  和 2 M  $\text{NH}_4\text{OH}$  溶液,根据所需 pH,取不同比例的量混合,用酸度计测量 pH 值。

## 实验方法

**铀(VI)-PAN形成络合物最佳条件的实验步骤** 于25 ml容量瓶中,依次加入1.0 ml  $1.0 \times 10^{-4} M$  铀标准溶液, 2 ml 10% OP-10 溶液, 2 ml 0.1% PAN 乙醇溶液, 2 ml  $NH_4OH-NH_4Cl$  (pH=9.5) 缓冲液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 放置15分钟, 在波长550 nm处用3厘米比色槽, 以试剂空白作参比测其吸光度。

## 结果与讨论

### 1. 铀-PAN 络合物的形成及其影响因素

**(1) 吸收光谱** 在 OP-10 非离子型表面活性剂存在下, 不溶于水的铀-PAN 红色络合物可保持在水中而不沉淀。

按上述实验条件, 在不同波长下, 用3厘米比色槽, 以试剂为空白测其吸光度与波长的关系, 得吸收光谱(图1)。从图1可知该络合物的最大吸收在550 nm处(图1曲线II); 而试剂在550 nm处吸收较小(图1曲线I), 故可选用550 nm作为测量波长。摩尔吸光系数为  $1.85 \times 10^4$ 。

因为最大吸收波长550 nm与加入 OP-10 无关, 且与文献[2]值相同, 由此可知 OP-10 在此体系中仅起“增溶”作用。

**(2) pH 的影响** 用不同 pH 值的缓冲溶液按上述步骤测吸光度, 以 pH 对吸光度作图(图2), 由图2可知, pH 在8.7—10.7 范围内吸光度保持不变, 所以选用 pH=9.5 为宜。

**(3) PAN 用量的影响** 从图3可知, 当0.1% PAN 溶液的用量为0.5—2.5 ml 时, 吸光度恒定, 故选用2 ml。

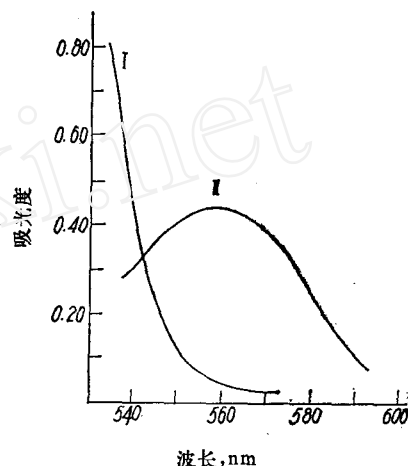


图1 吸收光谱  
I—PAN-OP-10 (以水作参比);  
II—U(VI)-PAN-OP-10 (以试剂作参比)。

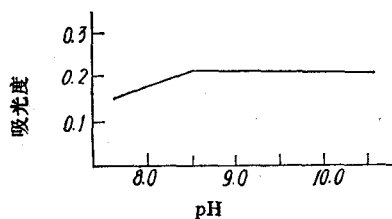


图2 pH 值对吸光度的影响

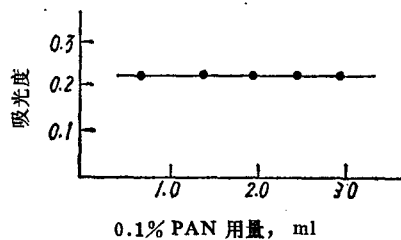


图3 PAN 用量对吸光度的影响

**(4) OP-10 用量的影响** 从图4可知, 当 OP-10 的用量低于1.5 ml 时, 仍有沉淀析出, 通常选用2 ml 即可。但若用 EDTA 掩蔽干扰离子时可适当增加 OP-10 的用量, 加入

3 ml 时可避免沉淀产生而对络合物吸光度无影响。

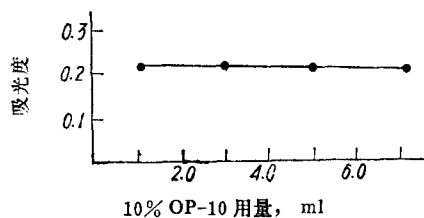


图 4 OP-10 用量对吸光度的影响

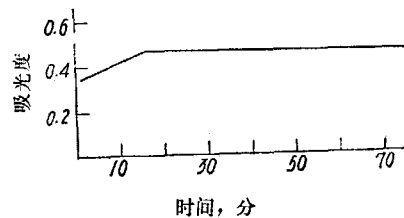


图 5 络合物的稳定性

(5) **络合物的稳定性** 在上述实验条件下, 以时间对吸光度作图(图 5), 由图 5 可见, 15 分钟后吸光度趋向稳定不变, 50 分钟后吸光度略有降低。故测量时间以在 15—50 分钟之间完成为宜。

(6) **标准曲线的绘制** 取不同量铀按实验方法测其吸光度, 绘制得图 6。铀含量在 (0—60)  $\mu\text{g}/25\text{ ml}$  范围遵守比尔定律, 摩尔吸光系数为  $1.85 \times 10^4$ 。

## 2. 铀-PAN 络合物用于测定铀的探讨

(1) **EDTA 对络合物吸光度的影响** PAN 能与许多金属离子呈显色反应而干扰铀的测定, 为扩大方法应用范围, 提高选择性, 必须选择适当的掩蔽剂。选用 EDTA 进行了试验。由于 EDTA 在弱碱性溶液中能与多种金属离子 [Pb(II), Cu(II), Fe(III), Zr(IV), Zn(II), Ni(II), Co(II), Cd(II), Ce(III), Mn(II)] 生成稳定的络合物, 而对铀(VI)-

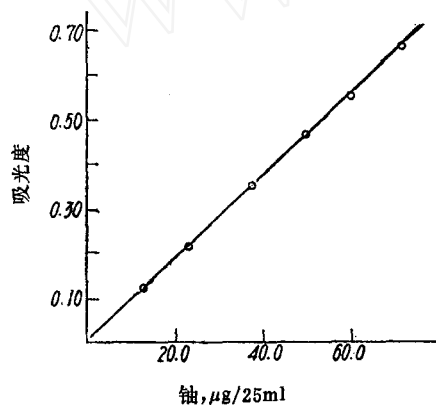


图 6 标准曲线

PAN 络合物吸光度无显著影响 (见图 7), 只有当 2% EDTA 的加入量在 2 ml 以上时, 络合物的吸光度才略有下降。

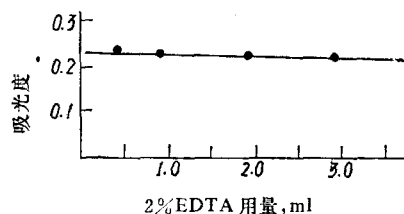


图 7 EDTA 对吸光度的影响

(2) **共存离子的影响及消除方法** 把常见的十三种阳离子分别加入试液中按实验步骤进行试验, 其干扰情况见表 1。铝(III)的加入量为 500 微克, 钙(II)的加入量为 250 微克, 钍(IV)的加入量在 20 微克以下对铀的测定不引起显著的误差。而 Pb(II), Cu(II), Fe(III), Zr(IV), Zn(II), Ni(II), Co(II), Cd(II), Ce(III), Mn(II) 在波长为 550 nm 处都有较大的吸收, 严重干扰铀(VI)的测定。由于 EDTA 能掩蔽上述干扰离子而对铀的测定无影响。表 1 列出了干扰离子与铀共存时, 有无 EDTA 存在的影响。实验表明测量误差均在允许范围之内。

表 1 有无 EDTA 存在时,外加离子对铀测定的影响  
(每次取铀 23.8  $\mu\text{g}$ )

外加离子	加入量, $\mu\text{g}$	无 EDTA		2 ml 2% EDTA	
		测得铀, $\mu\text{g}$	误差, $\mu\text{g}$	测得铀, $\mu\text{g}$	误差, $\mu\text{g}$
Ca(II)	500	27.4	+3.6		
	250	23.0	-0.8		
Al(III)	500	23.6	-0.2		
	25	32.4	+8.6		
Th(IV)	25	24.6	+0.8		
	20				
Pb(II)	25	47.2	+ 23.4	23.8	0
Cu(II)	25	69.0	+ 45.2	23.6	-0.2
Fe(III)	25	35.8	+ 12.0	24.0	+0.2
Zr(IV)	25	40.2	+ 16.4	23.0	-0.8
Zn(II)	10	110.7	+ 86.9	23.4	-0.4
Ni(II)	5	70.7	+ 46.9	24.5	+0.7
Co(II)	10	65.6	+ 41.8	23.3	-0.5
Cd(II)	5	124.3	+100.5	24.3	+0.5
Ce(III)	25	57.8	+ 34.0	22.7	-1.1
Mn(II)	10	79.3	+ 55.5	23.6	-0.2

## 结 束 语

铀(VI)与 PAN 在弱碱性溶液中生成不溶于水的红色络合物,当在水溶液中加入非离子型表面活性剂(OP-10),采用胶束增溶法即可进行直接测定。络合物的吸光度在 pH 8.7—10.7 范围内保持恒定,且稳定达 50 分钟,最大吸收波长在 550 nm 处。摩尔吸光系数为  $1.85 \times 10^4$ ,灵敏度为  $0.0127 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。加入 EDTA 可有效地消除干扰离子的影响。

## 参 考 文 献

- [1] K. L. Cheng, *Anal. Chem.*, **30**, 1027(1958).  
 [2] R. J. Baltishberger, *Anal. Chem.*, **36**, 2369(1964).  
 [3] Yasumasa Shigetomi, *Talanta*, **12**, 1079(1980).  
 [4] 渡边宽人, 境幸夫, *分析化学(日)*, **23**(4), 396 (1974).  
 [5] 江淑英, *分析化学*, **6**, 530(1980).

(编辑部收到日期: 1981年12月22日)

(上接第71页)

- [6] D. L. Massart et al., *Anal. Chim. Acta*, **42** (7), 14 (1968).  
 [7] D. Ishii et al., *J. Radioanal. Chem.*, **46**, 41 (1978).  
 [8] M. Schadel et al., *Radiochim. Acta*, **24**, 27 (1977).  
 [9] N. R. Larsen et al., *J. Radioanal. Chem.*, **45**, 135 (1978).  
 [10] 施玉全等, *原子能科学技术*, **2**, 203 (1982).  
 [11] 《稀土》编写组, *稀土*, 冶金工业出版社, 1978.

(编辑部收到日期: 1981年9月14日)