

# 5-Br-PADAP 分光光度法测定煤灰中微量铀

林春<sup>①</sup>

(福建省龙岩红炭山 708 化工有限公司 福建省龙岩市 364014)

**摘要** 在 pH8.2 的三乙醇胺缓冲溶液中, 有 OP 存在下, 铀(VI) 与 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚(5-Br-PADAP) 生成红色络合物, 其最大吸收波长为 535nm, 表观摩尔吸光系数  $1.0 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ , 在含铀 0—7 $\mu\text{g}/25\text{mL}$  浓度范围符合比耳定律。方法灵敏度高, 快速简便, 用 TBP 萃淋树脂分离大量干扰离子, 测定了煤灰中微量铀, 结果令人满意。

**关键词** 铀, 分光光度法, 煤灰。

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)03-0513-03

## 1 前言

随着工农业的发展, 煤灰的综合利用也随之发展。除个别特例外, 铀在煤中的含量极低, 但煤在燃烧后, 铀浓集于煤灰中, 因此, 铀是常检测的项目之一, 测定铀的分光光度法常用偶氮胂 III 法<sup>[1,2]</sup>, 也有对新显色剂的研究<sup>[3,4]</sup>。本文研究了在 pH8.2 的三乙醇胺缓冲溶液中, 有 OP 存在下, 铀(VI) 与 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚(5-Br-PADAP) 形成络合物的条件, 建立了煤灰中微量铀的测定方法。用酸溶解煤灰样品, 使用 TBP 萃淋树脂分离大量干扰离子, 以提高方法的选择性, 用该法对煤灰中微量铀进行测定, 获得了满意的结果。

## 2 试验部分

### 2.1 主要仪器和试剂

7230G 型可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司)。

pHS-3C 型酸度计(上海第二分析仪器厂)。

铀标准溶液: 称取基准  $\text{U}_3\text{O}_8$  0.5896g, 加入浓硝酸 5.0mL 使之溶解, 定量转移至 500mL 容量瓶中, 用水定容, 此溶液含铀 1.000mg/mL, 用时吸取适量上述溶液配成含铀 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$  溶液。

5-Br-PADAP 溶液: 配成 0.05% 的乙醇溶液。

OP 溶液: 配成 10% 的水溶液。

三乙醇胺溶液: 用 1:1 的三乙醇胺, 用盐酸调节, 按常规配成一系列不同 pH 值的缓冲溶液。

TBP 萃淋树脂(北京化工冶金研究所)。

其余试剂均为分析纯, 实验用水为二次蒸馏水。

① 联系人, 电话: (0597) 2502258; E-mail: qlblincheng@163.com

作者简介: 林春(1970—), 男, 福建省长汀县人, 工程硕士, 工程师, 主要从事化工技术及化学分析工作。

收稿日期: 2005-11-08; 接受日期: 2005-11-20

## 2.2 试验方法

准确移取  $5\mu\text{g}$  铀标准溶液于  $25\text{mL}$  容量瓶中, 加入  $1.5\text{mL}$  pH 8.2 的三乙醇胺缓冲溶液、 $0.8\text{mL}$  OP 溶液、 $1.5\text{mL}$  5-Br-PADAP 显色剂, 用水稀至刻度, 摇匀, 显色  $5\text{min}$  后以试剂空白为参比, 在 7230G 型分光光度计上, 于  $535\text{nm}$  处, 用  $2\text{cm}$  比色皿, 测量吸光度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 吸收光谱

研究了不同表面活性剂分别存在于 pH8.2 的三乙醇胺缓冲溶液中, 铀(VI) 与 5-Br-PADAP 的显色情况, 结果见图 1, 曲线 1 为加入曲拉通 X-100 的 U(VI) 与 5-Br-PADAP 的吸收曲线。曲线 2 为加入 OP 的 U(VI) 与 5-Br-PADAP 的吸收曲线。

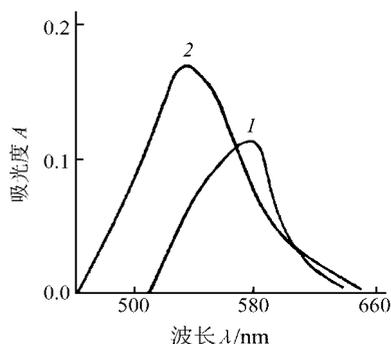


图 1 吸收光谱

1——U(VI) + 曲拉通 X-100 + 5-Br-PADAP;  
2——U(VI) + OP + 5-Br-PADAP。

### 3.2 显色剂用量的影响

加入不同量的显色剂按实验方法进行显色, 结果表明,  $0.05\%$  的 5-Br-PADAP, 用量在  $0.5\text{—}3.0\text{mL}$  范围内吸光度最大且恒定, 本文选用  $1.50\text{mL}$ 。

### 3.3 酸度的影响

按试验方法进行, 结果表明, pH8.2 的三乙醇胺缓冲溶液, 用量在  $0.5\text{—}4.0\text{mL}$  范围内吸光度恒定, 本实验选用  $1.50\text{mL}$ 。

### 3.4 表面活性剂用量的影响

分别加入不同量的 OP 按试验方法进行, 结果表明, 当 OP 量少时, 溶液混浊, OP 的加入量在  $0.3\text{—}1.5\text{mL}$  时吸光度最大且恒定, 本文选用  $0.8\text{mL}$ 。

### 3.5 显色温度、显色时间及络合物稳定性

在实验条件下, 当温度低时, 显色缓慢, 在常温下,  $5\text{min}$  即显色完全。本文采用在常温下显色, 有色络合物稳定  $24\text{h}$  以上。

### 3.6 校准曲线

按试验方法进行绘制铀的校准曲线, 试验结果表明, 铀量在  $0\text{—}7\mu\text{g}/25\text{mL}$  符合比耳定律。

### 3.7 络合物的组成

在选定试验条件下, 用等摩尔连续变化法和斜率比法测得络合物的组成为 U(VI) : 5-Br-PADAP = 1 : 1。

### 3.8 共存离子的影响

按试验方法条件, 测定  $5\mu\text{g}$  铀, 误差不超过  $\pm 5\%$  时, 共存离子的允许量 (mg) 如下:  $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{Cl}^-$  ( $250$ ),  $\text{F}^-$  ( $4$ ),  $\text{SO}_4^{2-}$  ( $40$ ),  $\text{NH}_4^+$  ( $20$ ),  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$  ( $200$ ),  $\text{Ca}^{2+}$  ( $4$ ),  $\text{Ba}^{2+}$  ( $30$ ),  $\text{Mg}^{2+}$  ( $3$ ), 盐酸羟胺 ( $0.15$ ), 酒石酸 ( $5$ ), 氨三乙酸 ( $0.2$ ), 硫脲 ( $6$ ), 柠檬酸 ( $10$ ),  $\text{V}^{5+}$ 、 $\text{Mn}^{5+}$ 、 $\text{Mo}^{6+}$  ( $0.005$ ) 以上均未做上限。  $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Ga}^{3+}$ 、 $\text{Th}^{4+}$  均对测定有干扰, 采用 TBP 萃淋树脂分离以消除干扰。

### 3.9 样品分析

#### 3.9.1 分析手续

称取 1.000g 通过 100 目筛的煤灰于铂金坩埚中, 加入氢氟酸 5mL、浓硝酸 10mL, 加热溶解、蒸干, 冷却后加入 5mL 王水, 蒸至近干, 加入  $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的硝酸 8mL, 过滤于预先用  $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸平衡的 TBP 萃淋树脂柱

( $\varnothing 0.6\text{cm} \times 10.0\text{cm}$ ), 用  $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸 16mL 分 4 次洗涤器皿和滤纸, 洗涤液进入色层柱, 然后用 15mL  $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸和 1.5mL 水淋洗, 以上流出液均弃去, 此后, 用 10mL 水洗脱铀。洗脱液收集于 25mL 容量瓶中(流出液通过柱床的流速控制为  $1.2\text{mL}/\text{min}$ )。以下按实验方法进行。

#### 3.9.2 分析结果

按分析手续进行, 煤灰样品中微量铀的测定结果如表 1, 与偶氮胂 III 法比较, 结果一致。

表 1 样品分析结果及回收率

| 样品编号 | 偶氮胂 III 法<br>( $\mu\text{g}$ ) | 本法结果<br>( $\mu\text{g}$ ) | 相对误差<br>(%) | 加入铀(VI)量<br>( $\mu\text{g}$ ) | 回收率<br>(%) |
|------|--------------------------------|---------------------------|-------------|-------------------------------|------------|
| 1    | 4.67                           | 4.60                      | -1.50       | 3                             | 99.0       |
| 2    | 3.24                           | 3.26                      | 0.62        | 3                             | 99.5       |
| 3    | 1.32                           | 1.36                      | 3.03        | 3                             | 100.2      |
| 4    | 0.00                           | 0.00                      | 0.00        | 3                             | 99.8       |
| 5    | 1.00                           | 0.96                      | -4.00       | 3                             | 98.0       |

### 参考文献

- [1] 董灵英. 铀的分析化学[M]. 北京: 原子能出版社, 1982. 163.
- [2] 李芳清, 倪永年. 神经网络-光度法同时测定铀矿石中铀和钍[J]. 江西化工, 2002, (4): 57—60.
- [3] 董学畅, 洪雪梅, 杨光宇. 新试剂 5-(对磺酸苯偶氮)-8-羟基喹啉啶与铀(VI)显色反应及应用[J]. 云南民族大学学报(自然科学版), 2004, 13(1): 40—42.
- [4] 李德良, 杨艳, 胡秋芬等. 2-(2-喹啉偶氮)-1,3-二羟基苯固相萃取光度法测定水中铀[J]. 岩矿测试, 2004, 23(3): 187—190.

## Spectrophotometric Determination of Trace Uranium in Coal Ashes with 5-Br-PADAP

LIN Chun

(No. 708 Chemical Industry Limited Company, Hongtanshan, Longyan, Fujian 364014, P. R. China)

**Abstract** In a medium of triethanolamine at pH 8.2 with the presence of OP, a red complex of uranium(VI) with 2-[(5-bromo-2-pyridyl)-azo]-5-diethyl-aminophenol(5-Br-PADAP) is formed. The maximum absorptivity is  $1.0 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ . The Beer's law is obeyed in the range of 0— $7\mu\text{g}/25\text{mL}$  of uranium(VI). The interference of foreign ions can be separated by tributyl phosphate extraction resin. The proposed method is sensitive, simple and rapid, and applied to the determination of trace uranium in coal ashes with satisfactory results.

**Key words** Uranium, Spectrophotometry, Coal Ashes.