

**CNIC-01750**  
**SINRE-0112**

**铅硼聚乙烯中铅的测定**  
**——EDTA-容量法**

**METHOD FOR MEASURING LEAD IN LEAD-BORN**  
**CARBIDE-POLYETHYLENE**  
**——THE EDTA VOLUMETRIC METHOD**  
*(In Chinese)*

**中国核情报中心**  
**China Nuclear Information Centre**

CNIC-01750  
SINRE-0112

## 铅硼聚乙烯中铅的测定 ——EDTA-容量法

费浩 盛红伍 张风

(中国核动力研究设计院核燃料及材料国家级重点实验室, 成都, 610041)

### 摘 要

研究了铅硼聚乙烯中铅的测定方法, 并对试样的分解方法进行了探索, 采用碳化、灼烧、灰化法除去聚乙烯。对炉温和灰化时间等进行了研究, 试样经硝酸溶解后, 用 EDTA 络合滴定法测定铅量, 方法的精密度优于 0.8%, 加入回收率为 98%~102%。此方法已用于铅硼聚乙烯产品中铅的测定, 并获得满意的结果。

关键词: 铅-碳化硼-聚乙烯 EDTA-容量法

**Method for Measuring Lead in Lead-boron  
Carbide-polyethylene**  
——**The EDTA Volumetric Method**  
(*In Chinese*)

FEI Hao SHENG Hongwu ZHANG Feng  
(National Key Laboratory for Nuclear Fuel and Materials, Nuclear Power  
Institute of China, Chengdu, 610041)

**ABSTRACT**

A method for the determination of lead in lead-born carbide-polyethylene was studied. The solution technique was explored. The polyethylene in the sample was removed by carbonization calcining and ashing. The temperature and time of ashing were studied, and then, the sample was dissolved in nitric acid and the lead was determined by EDTA complexometry. The precision of this method is 0.8%, the recovery ratio was 98% to 102%. This method is good for determination of lead in lead-born carbide-polyethylene.

**Key words:** Lead-boron carbide-polyethylene, Lead, EDTA Volumetric method

## 引言

铅硼聚乙烯板材是由铅粉、碳化硼粉、聚乙烯树脂混合加工而成的反应堆用结构材料，其中铅粉的均匀性及含量对其性能有很大的影响，因此，建立准确的测定方法对确定工艺条件及保证产品质量都具有很大的意义。

目前，国内外文献中未见有关于铅硼聚乙烯板材中铅的分析报道。对于铅的测定，有原子吸收法，发射光谱法，分光光度法，络合滴定法，氧化还原滴定法<sup>[1]</sup>等。其中，原子吸收法适宜更低的铅含量的测定；分光光度法适合于微量的铅含量的测定；滴定法适用于常量的铅的测定。因此，我们选择络合滴定法测定铅硼聚乙烯中的铅，并对该法进行了试验，解决了铅粉、碳化硼粉、聚乙烯树脂共存情况下溶样的难题。试验表明，该法准确度高，回收率为 98%~102%，精密度优于 0.8%。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

- (1) 马弗炉：200~1000 ℃；
- (2) 电子天平：分度值 0.1 mg；
- (3) 石英烧杯：100 ml；
- (4) 架盘天平：0~100 mg；
- (5) 精密试纸：0.5~3.0 pH；3~7 pH；
- (6) 乙酰丙酮：分析纯；
- (7) 硝酸 (1+4)；
- (8) 硝酸 (2+98)；
- (9) 邻二氮杂菲溶液：称取 1 g 邻二氮杂菲溶于 100 ml 硝酸 (2+98) 中；
- (10) 乙酸钠溶液：(CH<sub>3</sub>COONa)=0.2 g/ml；
- (11) 六次甲基四胺溶液：P=0.2 g/ml；
- (12) 二甲酚橙溶液：p=0.01 g/ml；
- (13) 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA) 标准溶液：C<sub>EDTA</sub>=0.025 mol/L，准确称取 9.246 g EDTA 置于 300 ml 烧杯中，加水溶解，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀；
- (14) 稀乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA) 标准溶液：移取 50 ml 二甲酚橙的 EDTA 溶液至 250 ml 容量瓶中，稀释至刻度，混匀；
- (15) 铅标准溶液：称取 10.0000 g 高纯铅粉 (99.99%) 置于 500 ml 烧杯中，加入 150 ml 硝酸 (1+4)，盖上表面皿，加热至试样完全溶解，驱除氮的氧化物，取下冷却，用水冲洗杯壁及表面皿，将溶液转移至 1000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液含铅量为 10 mg/ml。

### 1.2 实验方法

试样经碳化、灼烧灰化后再用稀硝酸分解，用六次甲基四胺调节溶液的 pH 值达到 5.5~6.0，以二甲酚橙为指试剂，用 EDTA 标准溶液滴定，测定其铅含量。

在被滴定的溶液中, As, Sb, Zn 和 Sn 等不干扰测定。铁的干扰加乙酰丙酮消除, Cu, Zn, Cd, Co, Ni 和 Ag 加邻二氮杂菲消除干扰。铋的干扰在 pH 1~2 时预先滴定。

## 2 结果和讨论

### 2.1 溶样试验

在本研究工作中, 由于聚乙烯不溶于酸, 而铅易溶于酸, 碳化硼又具有高度的化学稳定性, 给样品的分解带来一定的困难, 我们采用电炉碳化把聚乙烯烧掉一部分, 再移入马弗炉中碳化, 灼烧将聚乙烯全部烧掉, 但温度过高铅同时也要损失, 这就要求我们兼顾两方面。

#### 2.1.1 试样未经过灼烧

称取 10 g 试样, 经碳化后, 用硝酸 (1+4) 分三次溶解, 过滤。并依次用稀硝酸和水洗涤烧杯和表面皿, 定容于 1000 ml 容量瓶中, 分取 25 ml 溶液, 滴定结果列于表 1。

表 1 测定结果

样品编号	试样的分解	铅%
1	称样 10 g 分取 25 ml	72.51
2		71.69
3		72.47

#### 2.1.2 试样经过灼烧

试样经碳化后, 用硝酸 (1+4) 分三次溶解, 过滤, 将滤纸和残渣一起放入马弗炉中灰化。再用硝酸 (1+4) 分三次溶解铅, 过滤, 并依次用稀硝酸和水洗涤烧杯和表面皿, 定容于 1000 ml 容量瓶中。测定结果列于表 2。

表 2 测定结果

样品编号	试样的分解	铅%
1	称样 10 g 分取 25 ml	80.10
2		80.03
3		80.07

从表 1 和表 2 可看出, 试样只碳化不灼烧, 聚乙烯破坏不完全, 铅可能包裹在里面, 使测定结果偏低。

### 2.2 炉温的影响

称取试样 5 g, 先用电炉碳化后置于马弗炉中灰化 2 h, 取出后用硝酸 (1+4) 150 ml 溶解并依次定容于 500 ml 容量瓶中, 其铅的测定结果列于表 3。

从表 3 看出, 炉温在 500 °C 可将聚乙烯烧完。实验选定为 530 °C。

表 3 炉温试验

样品重量/g	5.0675	5.0673	5.0130	5.0609	5.0468	5.0409
炉温/℃	200	300	400	500	600	700
测定结果/%	68.61	75.38	79.83	80.01	80.02	78.87

### 2.3 灰化时间的影响

称取试样 5 g, 先用电炉碳化后置于马弗炉 (530 ℃) 中, 改变灰化时间。取出后用硝酸 (1+4) 150 ml 溶解, 并依次定容于 500 ml 容量瓶中, 其铅的测定结果列于表 4。

表 4 灰化时间的影响

样品重量/g	5.0278	5.0913	5.0659	5.0245	5.0678
灰化时间/h	0.5	1	2	3	4
测定结果/%	73.78	79.67	79.96	80.04	80.06

从表 4 的结果看出, 2~4 h 灰化时间合适, 实验选择 2.5 h。

### 2.4 加入回收实验

在溶样时加入铅标准溶液, 测定结果列于表 5。

表 5 加入回收试验

编号	加入铅量/mg	测定铅量/mg	回收率/%
1	40.0	39.2	98.0
2	40.0	40.4	101
3	40.0	40.2	100
4	20.0	20.3	102
5	20.0	20.4	102
6	20.0	19.6	98.0

### 2.5 精密度实验

按照实验条件对同一样品进行六次测定, 结果列于表 6。

表 6 样品测定结果

编号	测定值/%	精密度/%
1	80.21	1.5
2	80.30	—
3	80.22	—
4	80.00	—
5	80.31	—
6	80.19	—

### 3 样品分析

#### 3.1 测定步骤

(1) 准确称取铅硼聚乙烯试样 10 g 置于 100 ml 石英烧杯中，置于电炉上加热使试样碳化，再移入马弗炉中于 530 °C 灼烧 2.5 h，冷却至室温。

(2) 加入 150 ml 硝酸，盖上表面皿，加热至试样完全溶解，驱除氮的氧化物，取下冷却，用水冲洗杯壁及表面皿，将溶液转移至 1000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

(3) 准确移取 25 ml 试样溶液，置于 500 ml 三角瓶中。

(4) 用乙酸钠调节溶液的 pH 为 1.5~1.9，加入一滴二甲酚橙溶液，用稀 EDTA 标准溶液滴定至溶液为黄色。

(5) 向溶液中加入 2 ml 乙酰丙酮，8 ml 邻二氮杂菲，移至容积为 100~200 ml，加入六次甲基四胺溶液 20 ml，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液变为浅红色。再用六次甲基四胺溶液调节溶液的 pH 为 5.5~6.0，用 EDTA 标准溶液滴定至亮黄色为终点。

#### 3.2 EDTA 的标定

(1) 准确移取 25 ml 铅标准溶液，置于 500 ml 三角瓶中。

(2) 按 3.1 中 (4)，(5) 进行。

按下式计算 EDTA 标准溶液对铅的滴定度：

$$T = M_1 / V_1$$

式中：T——EDTA 标准溶液对铅的滴定度，g/ml；

$M_1$ ——分取纯铅量，g；

$V_1$ ——滴定时所消耗的 EDTA 标准溶液的体积的平均值，ml。

### 4 分析结果的计算

按下式计算铅硼聚乙烯中铅的质量分数

$$W_{Pb} = T \times V / (m \times 25 / 1000) \times 100$$

式中：V——滴定时所消耗 EDTA 标准溶液的体积的平均值，ml；

T——EDTA 标准溶液对铅的滴定度，g/ml；

m——试样质量，g。

### 参 考 文 献

- 1 徐盘明, 赵祥大. 实用金属材料分析方法. 北京: 中国科学技术大学出版社, 1989. 418  
(XU Panming, ZHAO Xiangda. Analysing method for metal materials. Beijing: Publishing house of science and Technology university of China, 1989. 418)