



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23276—2024

代替 GB/T 23276—2009

## 钯化合物分析方法 钯含量的测定 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法 和重量法

Method for chemical analysis of palladium compounds—  
Determination of palladium content—  
Complexometric titration using butanedione dioxime releasing EDTA and  
gravimetric method

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法一：二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法 .....	1
4.1 原理 .....	1
4.2 试剂或材料 .....	1
4.3 仪器设备 .....	2
4.4 样品 .....	2
4.5 试验步骤 .....	2
4.6 试验数据处理 .....	3
4.7 精密度 .....	4
5 方法二：二甲基乙二醛肟重量法 .....	4
5.1 原理 .....	4
5.2 试剂或材料 .....	4
5.3 仪器设备 .....	5
5.4 样品 .....	5
5.5 试验步骤 .....	5
5.6 试验数据处理 .....	6
5.7 精密度 .....	6
6 试验报告 .....	7
附录 A（资料性） 精密度试验原始数据 .....	8

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 23276—2009《钪化合物分析方法 钪量的测定 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法》。与 GB/T 23276—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测定范围的下限（见第1章，2009年版的第1章）；
- b) 更改了称样量（见4.5.1，2009年版的6.1）；
- c) 更改了二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法试样的溶解及处理条件（见4.5.4，2009年版的6.2）；
- d) 增加了再现性（见4.7.2）；
- e) 删除了允许差（见2009年版的8.2）；
- f) 增加了二甲基乙二醛肟重量法（见第5章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：贵研检测科技（云南）有限公司、贵研化学材料（云南）有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南贵金属实验室有限公司、中船黄冈贵金属有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、成都光明派特贵金属有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、东北林业大学、陕西瑞科新材料股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司。

本文件主要起草人：陶赛祥、金娅秋、陈国华、朱武勋、刘桂华、王丹、向磊、刘朝能、张航波、杨贞森、张圣欢、夏江、左鸿毅、胡璇、李甜、王巍、刘含笑、孙阳、林晶、郁丰善、杨帆、刘斌、王冠群、牛娜、陈立钢、杜冰、史晓妮、周爱玲、周世豪、覃永振、孙祺、杨梅英、鲁瑞智、王川。

本文件于2009年首次发布为 GB/T 23276—2009，本次为第一次修订。

# 钡化合物分析方法

## 钡含量的测定

### 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法 和重量法

**警示**——使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。使用高氯酸需戴眼镜、口罩和手套。

#### 1 范围

本文件描述了通过二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法和重量法测定钡化合物中钡含量的方法。本文件适用于钡化合物中钡含量的测定，测定范围（质量分数）为 4.00%~70.00%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法一：二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法

##### 4.1 原理

试料用盐酸与硝酸溶解，用高氯酸冒烟分解有机物，加过量 EDTA 络合钡，加乙酸-乙酸钠缓冲溶液，二甲酚橙作指示剂，在  $\text{pH}\approx 5.8$  条件下用锌标准滴定溶液滴定过量 EDTA，加二甲基乙二醛肟析出与钡络合的 EDTA，用三氯甲烷萃取丁二酮肟-钡沉淀，以锌标准滴定溶液滴定测定钡含量。

##### 4.2 试剂或材料

试剂或材料如下。除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.2.1 水（符合 GB/T 6682 规定的二级水）。

4.2.2 三氯甲烷。

4.2.3 高氯酸（ $\rho=1.77\text{ g/mL}$ ）。

4.2.4 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

4.2.5 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

4.2.6 盐酸溶液（1+1）。

4.2.7 硝酸溶液（1+1）。