



中华人民共和国国家标准

GB/T 23276—2009

钯化合物分析方法 钯量的测定 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法

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

2009-01-05 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钡化合物分析方法
钡量的测定
二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法
GB/T 23276—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37113

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准主要起草人：金娅秋、朱利亚、沈善问、安中庆、贺东江、向磊。

本标准主要验证人：黄章杰、杨光宇。

钯化合物分析方法

钯量的测定

二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了钯化合物中钯含量的测定方法。

本标准适用于二氯化钯(PdCl_2)、溴化钯(PdBr_2)、二水合硝酸钯($\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、硫酸钯(PdSO_4)、二水合硫酸钯($\text{PdSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、二氯二氨钯($\text{Pd}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$)、二氯四氨钯($\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$)、氯亚钯酸钾(K_2PdCl_4)、二亚硝基二氨钯($\text{Pd}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_2$)、二亚硝基四氨钯($\text{Pd}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4$)、醋酸钯($[\text{Pd}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_3$)、双(乙酰丙酮)钯($\text{Pd}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$)、四(三苯基膦)钯($\text{Pd}[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]_4$)、二(三苯基膦)二氯化钯($\text{PdCl}_2[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]_2$)、1,2-二(二苯基膦)乙烷二氯化钯($\text{PdCl}_2[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_2]$)、双[1,2-二(二苯基膦)乙烷]二氯化钯($\text{PdCl}_2[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_2]_2$)化合物中钯含量的测定。测定范围:5%~70%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

3 方法原理

PdCl_2 试料用盐酸溶解; PdBr_2 、 $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 PdSO_4 、 $\text{PdSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、 K_2PdCl_4 、 $\text{Pd}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_2$ 、 $\text{Pd}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4$ 、 $[\text{Pd}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_3$ 、 $\text{Pd}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$ 试料用盐酸与硝酸溶解; $\text{Pd}[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]_4$ 、 $\text{PdCl}_2[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]_2$ 、 $\text{PdCl}_2[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_2]$ 、 $\text{PdCl}_2[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_2]_2$ 试料用盐酸与硝酸溶解,用乙醚萃取分离有机物。

加过量 EDTA 络合钯及其他金属离子,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液,二甲酚橙作指示剂,在约 pH5.8 用锌标准滴定溶液滴定过量 EDTA。加二甲基乙二醛肟析出与钯络合的 EDTA,用三氯甲烷萃取丁二酮肟-钯沉淀,以锌标准滴定溶液滴定测定钯量。

4 试剂

除非另有说明,本标准所用试剂、器皿等应符合 YS/T 371 的规定。

- 4.1 三氯甲烷。
- 4.2 乙醚。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.5 盐酸溶液(1+1)。
- 4.6 硝酸溶液(1+1)。
- 4.7 盐酸与硝酸的混合酸:3 单位体积的盐酸(4.3)与 1 单位体积的硝酸(4.4)相混合。用时现配。
- 4.8 乙二胺四乙酸二钠 $[\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (简写作 EDTA)]溶液 0.013 mol/L。