



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 646—2007

铂化合物分析方法 铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法

Method for chemical analysis of platinum compounds
—Determination of platinum content
—Electricity titration using potassium permanganate

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：朱利亚、陈云红、赵辉、朱武勋。

本标准主要验证人：黄章杰、杨光宇。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准为首次发布。

铂化合物分析方法

铂量的测定

高锰酸钾电流滴定法

1 范围

本标准规定了铂化合物中铂含量的测定方法。

本标准适用于 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ 、 K_2PtCl_4 、 PtCl_4 、 Na_2PtCl_6 、 H_2PtCl_6 化合物中铂含量的测定。测定范围:30%~95%。

2 方法提要

$\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ 和 K_2PtCl_4 试料用盐酸与硝酸混合酸微波密闭分解; PtCl_4 用盐酸与过氧化氢溶解。 Na_2PtCl_6 、 H_2PtCl_6 用盐酸溶解。在稀盐酸溶液中用氯化亚铜将铂(IV)还原至铂(II),用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。电流法指示终点以测定铂量。选定电位+0.65 V。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 过氧化氢(体积分数为30%)。

3.4 盐酸与硝酸混合酸:3单位体积的盐酸与1单位体积的硝酸混合。用时现配。

3.5 硫酸(1+3)。

3.6 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.7 氯化亚铜溶液:称取3.0 g氯化亚铜,置于50 mL烧杯中,加30 mL盐酸溶解,转入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度。混均,用时现配。

3.8 铂标准溶液:称取1.00 g金属铂(质量分数不小于99.99%),精确至0.0001 g,置于聚四氟乙烯溶样罐中,加15 mL盐酸、5 mL过氧化氢,密闭。置于烘箱中 $150^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 下分解6 h。取出,冷却。将溶液转入400 mL烧杯中,加5 mL氯化钠溶液,低温蒸至湿盐状,取下。加5 mL盐酸,用少许水冲洗烧杯壁,低温蒸至湿盐状。如此反复3次~4次,取下。加200 mL盐酸,转入500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含2 mg铂。

3.9 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\text{KMnO}_4)=0.0044 \text{ mol/L}$]:

3.9.1 配制:称取0.7 g高锰酸钾,溶于5 000 mL水中,煮沸1.5 h,静置过夜。用3号玻璃砂漏斗过滤,以水稀释至5 000 mL,混匀。贮于棕色瓶中,暗处保存。

3.9.2 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取10.00 mL铂标准溶液,分别置于100 mL烧杯中,加0.5 mL氯化钠溶液,低温蒸至湿盐状。加2 mL盐酸,8 mL氯化亚铜溶液,加水至总体积为40 mL,加热煮沸2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加1 mL硫酸溶液,将吹气管插入有孔表面皿的烧杯中吹气20 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气1次。

于上述溶液中插入铂指示电极,饱和氯化钾甘汞电极,选定电位为+0.65 V,开动磁力搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定。以高锰酸钾标准滴定溶液的体积对相应的电流值作图,将两直线外