



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.4—2008  
代替 GB/T 15072.4—1994

## 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法

Test method of precious metal alloys—  
Determination of palladium content for palladium and silver alloys  
—Butanedione dioxime gravimetry

2008-03-31 发布



2008-09-01 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

## 前 言

本标准是对 GB/T 15072—1994《贵金属及其合金化学分析方法》(所有部分)的整合修订,分为 19 个部分:

- GB/T 15072.1—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法;
- GB/T 15072.2—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法;
- GB/T 15072.3—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- GB/T 15072.4—2008 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二肟重量法;
- GB/T 15072.5—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- GB/T 15072.6—2008 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中钨量的测定 硫酸亚铁电流滴定法;
- GB/T 15072.7—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.8—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.9—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.10—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中镍量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.11—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钌和铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.12—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钌量的测定 过氧化氢分光光度法;
- GB/T 15072.13—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中锡、铈和镧量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.14—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.15—2008 贵金属合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.16—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.17—2008 贵金属合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定 三氧化钨重量法;
- GB/T 15072.18—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钴和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——GB/T 15072.19—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒和镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 15072—2008 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 15072.4—1994《贵金属及其合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.4—1994 相比,主要有如下变动:

——标准名称由 GB/T 15072.4—1994《贵金属及其合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定》变更为《贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肼重量法》。

——将原标准范围 PdIr10、PdIr18、PdAgCuAuPtZn30-14-10-10-1、PdAgCu68-27、PdAgCu58-23、PdAgCu65-20、PdAgCu52-28、PdAgCu54-21、AgPd20、AgPd60 修改为本标准适用于 PdIr、PdAgCu、PdAgCuAuPtZn、AgPd 合金中钯含量的测定。测定范围(质量分数):4%~92%。

——按照 GB/T 20001.4—2001 格式要求重新编写。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:朱利亚、周丽雯、安中庆、金娅秋、刘云杰。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15072.4—1994。



# 贵金属合金化学分析方法

## 钯、银合金中钯量的测定

### 二甲基乙二醛肟重量法

#### 1 范围

本部分规定了钯、银合金中钯含量的测定方法。

本部分适用于 PdIr、PdAgCu、PdAgCuAuPtZn、AgPd 合金中钯含量的测定。测定范围(质量分数):4%~92%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

#### 3 方法提要

钯铱和钯银铜金铂锌合金试料用盐酸与硝酸混合酸分解;钯银铜和银钯合金试料用硝酸分解。金用亚硝酸钠还原分离,银用氯化银沉淀分离。在稀盐酸介质中,以二甲基乙二醛肟沉淀钯,重量法测定钯的质量分数。

#### 4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂和器皿等均应符合 YS/T 371 标准的规定。

- 4.1 氯化钠。
- 4.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 4.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 4.4 乙酸( $\rho$ 1.05 g/mL)。
- 4.5 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。
- 4.6 盐酸溶液(1+1)。
- 4.7 盐酸溶液(1+9)。
- 4.8 盐酸溶液(2+98)。
- 4.9 盐酸与硝酸混合酸:3 单位体积的盐酸(4.2)与 1 单位体积的硝酸(4.3)混合。用时现配。
- 4.10 盐酸与硝酸混合酸:30 单位体积的盐酸(4.2)与 1 单位体积的硝酸(4.3)混合。用时现配。
- 4.11 氨水溶液(1+1)。
- 4.12 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。
- 4.13 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。
- 4.14 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 4.15 二甲基乙二醛肟乙醇溶液(10 g/L)。
- 4.16 百里酚蓝溶液(1 g/L):称取 0.1 g 百里酚蓝于 100 mL 烧杯中,加 2.2 mL 氢氧化钠溶液(4.13),用水稀释至 100 mL。

## 5 试样

合金样品轧成厚度不大于 0.3 mm 的薄片,用丙酮除去油污,剪成碎屑,用水洗净,烘干,混匀。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钯的质量分数/%	试料质量/g
>4.00~10.00	0.40
>10.00~40.00	0.13
>40.00~92.00	0.05

### 6.2 测定次数

独立地进行两份试料的平行测定,取其平均值。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 试料的溶解

6.3.1.1 将钯铱合金试料置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.9),盖上表面皿,低温加热溶解。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 0.1 g 氯化钠,蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸(4.2),蒸至湿盐状。反复 2 次。

6.3.1.2 将钯银铜金铂锌合金试料置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(4.10),盖上表面皿,低温加热溶解。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 0.1 g 氯化钠(4.1),蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸(4.2),蒸至湿盐状。反复 2 次。

6.3.1.3 将钯银铜、银钯合金试料置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.3),盖上表面皿,低温加热溶解。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 0.1 g 氯化钠(4.1),蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸(4.2),蒸至湿盐状。反复 2 次。

#### 6.3.2 分离

6.3.2.1 于残渣(6.3.1.1)中加 10 mL 盐酸(4.2)、200 mL 水,于搅动下滴加 15 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液(4.15),并继续搅动 3 min,静置 1 h。

6.3.2.2 于残渣(6.3.1.2)中加 4 mL 盐酸溶液(4.6)、100 mL 水,加热煮沸至氯化银沉淀凝聚,避光静置 4 h。用中速滤纸过滤,用盐酸溶液(4.8)洗涤烧杯及沉淀各 6 次,再用水洗涤烧杯及沉淀各 2 次,弃去沉淀。于滤液中加入 2 滴百里酚蓝溶液(4.16),用氢氧化钠溶液(4.14)调节溶液由红色变橙色(pH2),加热至沸,于搅动下滴加 10 mL 亚硝酸钠溶液(4.12),煮沸 30 min 至金沉淀凝聚。用致密滤纸趁热过滤,用热亚硝酸钠溶液(4.13)洗涤烧杯及沉淀各 5 次,用 5 mL 盐酸溶液(4.6)滴入烧杯和滤纸上,并用热水洗涤烧杯及沉淀各 10 次,弃去沉淀。将滤液加热煮沸 1 h,蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸(4.2),蒸至湿盐状。反复 3 次。加 10 mL 盐酸(4.2)、200 mL 水,于搅动下滴加 10 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液,并继续搅动 3 min,静置 1 h。

6.3.2.3 将钯银铜残渣(6.3.1.3)按操作(6.3.2.2)分离银,于滤液中加入 8 mL 盐酸(4.2),加水至总体积为 200 mL,于搅动下滴加 10 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液,并继续搅动 3 min,静置 1 h。

6.3.2.4 于银钯残渣(6.3.1.3)中加 100 mL 水,于搅动下滴加约 10 mL 氨水溶液(4.11),待溶液黄色消失(若有粉红色沉淀产生,可稍加热溶解沉淀),再滴加乙酸(4.4)至溶液为 pH6。加 5 mL 盐酸溶液(4.7),搅动 3 min,煮沸 3 min。取下,避光静置 4 h。用中速滤纸过滤,用盐酸溶液(4.8)洗涤烧杯及沉淀各 6 次,再用水洗涤烧杯及沉淀各 2 次,弃去沉淀。搅动下加 5 mL 盐酸(4.2)于滤液中,加热煮沸

5 min。取下,冷却。加水至总体积为 200 mL,于搅动下滴加 10 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液,并继续搅动 3 min,静置 1 h。

6.3.3 过滤

将二甲基乙二醛肟钯沉淀(6.3.2.1、6.3.2.2、6.3.2.3、6.3.2.4)抽滤于 110℃已烘干恒重的 4 号玻璃砂过滤坩埚中,用盐酸溶液(4.8)洗涤烧杯及沉淀各 10 次,并用带橡皮头的玻璃棒擦烧杯边沿,再用约 85℃的热水洗涤烧杯及沉淀各 5 次。

6.3.4 恒重

将坩埚(6.3.3)于 110℃烘干 1 h。取出,置于干燥器中 30 min,称重。如此反复,直至恒重。

7 分析结果的表述

按式(1)计算钯的质量分数  $w_{Pd}$ ,数值以%表示:

$$w_{Pd} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.3161}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_2$ ——二甲基乙二醛肟钯和坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_1$ ——坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

0.3161——二甲基乙二醛肟钯换算为钯的因数。

所得结果应表示至二位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值表 2 所列允许差。

表 2 %

钯的质量分数	允许差
>4.00~10.00	0.10
>10.00~40.00	0.20
>40.00~92.00	0.30