

硫脲析出-自动光度滴定法测定钯化合物中钯

金娅秋, 陶赛祥, 付仕梅, 孙 祺, 张航波, 汪原伊, 何 姣, 杨 辉
(云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司 贵研检测科技(云南)有限公司, 昆明 650106)

摘要: 用硫脲选择性析出钯-EDTA 中的钯, 用自动光度滴定法滴定与钯等量的 EDTA, 实现钯化合物中含钯量的测定。对方法测定波长、硫脲用量、终点突跃 ΔE 值、共存离子影响重要条件, 以及常规滴定条件进行了系统研究。结果表明, 测定 19%~60% 钯含量, 方法相对标准偏差($RSD, n=11$) 为 0.11%~0.19%, 加标回收率为 99.64%~100.27%, 测定结果与相关标准方法吻合。采用硫脲代替丁二肟, 解决了丁二肟钯絮状沉淀包裹光度电极表面影响测定, 以及采用自动光度滴定法有效解决钯棕红色影响目视终点准确判定的问题, 实现钯含量的自动快速测定, 提高工作效率。

关键词: 分析化学; 络合滴定-自动光度滴定法; 钯; 硫脲析出; EDTA

中图分类号: O655.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2024)02-0075-06

Determination of palladium in palladium compounds by thiourea release - automatic photometric titration

JIN Yaqiu, TAO Saixiang, FU Shimei, SUN Qi, ZHANG Hangbo, WANG Yuanyi, HE Jiao, YANG Hui
(Yunnan Precious Metals New Materials Holding Group Co. Ltd.,
Sino-Platinum Metals Testing Technology (Yunnan) Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: After palladium in palladium-EDTA was selectively released by thiourea, EDTA equal to the amount of palladium was analyzed by using automatic photometric titration. In this way, the determination of palladium in palladium compounds was realized. The wavelength of determination, the amount of thiourea, the value of end-point jump ΔE , the influence of coexisting ions and the conventional titration conditions were studied systematically. The results showed that when the palladium content was in the range of 19%~60%, the relative standard deviation ($RSD, n=11$) was 0.11%~0.19% with a spiked recovery rate of 99.64%~100.27%, consistent with the related standard methods. Choosing thiourea instead of dimethylglyoxime as a releasing agent can solve the problem arising from the precipitation of dimethylglyoxime-Pd complex on the surface of the photometric electrode, and using automatic photometric titration can eliminate the error in judging the titration end point by the visual inspection. The automatic and rapid determination of palladium content can be realized by adopting the method developed in this study.

Key words: analytical chemistry; complexation titration-automatic photometric titration; palladium; thiourea release; EDTA

钯化合物广泛应用于电子、医药、化工、催化及电镀领域。由于钯含量高、价格昂贵、批量生产和市场波动较大, 故相关生产和市场部门对钯含量分析提出准确、快速的要求。关于合金、氧化物、

废料、废催化剂和纯物质中微量~高量钯测定已有综述^[1]和研究^[2-3]。化合物中常量至高量钯的常规测定有二甲基乙二醛肟(简称: 丁二肟)析出 EDTA 络合滴定法^[4]、丁二肟重量法^[5-6]和氢还原重量法^[7],

收稿日期: 2023-06-06

基金项目: 云南省贵金属实验室科技计划项目(YPML-2023050237)

第一作者: 金娅秋, 女, 高级工程师; 研究方向: 贵金属分析化学; E-mail: 1281605938@qq.com

并且文献[8]对络合滴定法测定化合物中钡量进行了不确定度评定。但方法分别存在肉眼判定终点易产生视觉误差,有机试剂三氯甲烷污染环境,操作要求严谨或流程较长的问题,因此研究探索和建立新的分析方法很有必要。

自动光度滴定法是基于自动光度电极通过特定波长的吸收光发射到样品溶液,根据化学反应过程中溶液颜色的变化,引起光吸收强度的变化和转化为电位信号输出,以敏锐的吸光度代替目视判定滴定终点颜色变化,并自动确定滴定终点,从而适用于溶液颜色较深的滴定体系。文献[9]研究讨论了丁二肟析出 EDTA 络合-自动光度滴定测定氯化钡中钡含量的方法,同时指出方法存在问题,即滴定至第二终点时,丁二肟钡絮状沉淀包裹在光度电极表面上,严重阻碍了电极反应,大大降低终点敏锐度。基于硫脲是贵金属特效络合剂,文献[10-11]对硫脲作为钡的选择性络合剂进行了研究,但因钡溶液自身棕红色,严重影响目视观察滴定终点颜色变化,致使方法应用受到限制。

本文用贵金属特效络合剂硫脲,选择性析出钡-EDTA 中的钡,用自动光度滴定法滴定与钡等量的 EDTA。解决丁二肟钡絮状沉淀包裹光度电极表面影响测定,以及钡棕红色影响目视终点准确判定的问题,实现钡含量的自动快速和准确测定。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

T7 型自动电位滴定仪(梅特勒-托利多); DP5 型光度电极; pH 电极; 自动进样器; 20 mL 滴定管。

硫脲(20 g/L); 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(0.02 mol/L); 氢氧化钠溶液(100 g/L); 二甲酚橙溶液(2 g/L); 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.8): 500 mL 含 100 g 无水乙酸钠、10 mL 冰乙酸; 1.0000 mg/mL 钡标准溶液(钢研纳克检测技术股份有限公司); 锌标准滴定溶液(0.008 mol/L): 称取 1.05 g 金属锌(质量分数不小于 99.99%),置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸溶液(1+3),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,用水定容至 2000 mL。

除非另有说明,使用的试剂均为分析纯,实验用水为去离子水。

1.2 实验方法

1.2.1 滴定

移取 15.00 mL 钡标准溶液,置于 250 mL 烧杯

中。加入 2 mL 氯化钠溶液,低温蒸至近干,加入 120 mL 水、10 mL EDTA 溶液,将烧杯置于自动滴定台上,插入光度电极(调波长为 590 nm)、pH 电极、滴定管导管、试剂导管,设置程序,分别用驱动器自动加入 0.25 mL 二甲酚橙溶液,加入 10 mL 乙酸-乙酸钠溶液,用氢氧化钠溶液调至 pH 电极指示为 5.8,用锌标准滴定溶液滴定至仪器识别最大突跃为第 1 终点,体积不计数。加入 5 mL 硫脲溶液,搅拌 30 s,用锌标准滴定溶液滴定至仪器识别最大突跃为第 2 终点,体积计数。搅拌速率 40%。

1.2.2 锌标准滴定溶液的标定

移取三份 15.00 mL 钡标准溶液,分别置于 250 mL 烧杯中。加入 2 mL 氯化钠溶液,低温蒸至近干,加入 120 mL 水,10 mL EDTA 溶液,以下操作同 1.2.1 滴定步骤。三份溶液所消耗的锌标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。锌标准滴定溶液的实际浓度见式(1)。

$$c=(c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}) / (106.42 \cdot V_2) \quad (1)$$

式中: c 为锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/mL; c_0 为移取钡标准溶液的浓度, mg/mL; V_1 为移取钡标准溶液的体积, mL; V_2 为标定中所消耗的锌标准滴定溶液的体积(第 2 终点体积), mL; 106.42 为钡的摩尔质量, g/mol。

1.2.3 结果计算

按式(2)计算钡的质量分数 $w(\text{Pd})$:

$$w(\text{Pd})=(c \cdot V_3 \cdot V_5 \times 106.42 \times 100\%) / (m_0 \cdot V_4) \quad (2)$$

式中: c 为锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/mL; V_3 为试液的总体积, mL; V_4 为分取试液的体积, mL; V_5 为滴定试液所消耗的锌标准滴定溶液的体积(第 2 终点体积), mL; 106.42 为钡的摩尔质量, g/mol; m_0 为试料的质量, g。

2 结果与讨论

2.1 析出钡的试剂的选择

络合容量法定量测定钡含量,一般有 EDTA 直接滴定法、EDTA 返滴定法和络合析出滴定法几种方法。EDTA 能够快速与钡离子络合,同时 EDTA 也能与大部分有色金属离子较快速的络合,因而直接使 EDTA 直接滴定法和 EDTA 返滴定法的选择性非常差。络合析出滴定法是通过加入过量的 EDTA 溶液使 EDTA 与钡离子形成络合物,再加入其它试剂析出 Pd-EDTA 络合物中钡离子,使钡离子与加入试剂络合,且定量释放出 EDTA,通过定量滴定析

出的 EDTA 计算钡的含量, 此方法选择性好, 抗干扰能力强, 关于钡-EDTA 络合物的析出试剂有丁二肟、硫脲、KSCN、吡啶、亚硝酸钠、盐酸羟胺等, 较常用的为丁二肟、硫脲。本研究是利用光度电极对滴定终点颜色的变化自动识别终点能力作为方法研究基础的, 考虑到丁二肟钡络合物形成絮状沉淀, 在使用光度电极时严重影响测定终点的判断^[9]。而硫脲与钡形成的是水溶性络合物, 不会影响光度电极。选择硫脲为析出钡的试剂。

2.2 光度电极波长的选择

因光度电极测量是选用特定波长的吸收光发射到样品溶液, 根据化学反应过程中溶液颜色的变化, 引起光吸收强度的变化, 进而转化为电位信号进行输出, 找到滴定终点的过程。基于仪器的光度电极设有 520、555、590、620、660 nm 五个波长档位, 故按照实验方法, 调节光度电极不同档位波长, 用相同钡量 10.00 mg 进行实验, 分别考察各波长最大突跃值。结果见表 1。由表 1 可知, 光度电极波长为 590 nm 时, 第 1、第 2 终点突跃最大, 测得钡相对误差-0.04%~+0.12%。选择光度电极波长 590 nm。

表 1 光度电极波长的影响

Tab.1 Effect of the photometric electrode wavelength

波长/nm	$\Delta E/mV$		测得钡量/mg
	第 1 终点	第 2 终点	
520	159, 154	135, 130	10.002, 10.007
555	120, 126	108, 110	9.992, 10.014
590	182, 180	161, 157	9.996, 10.012
620	33, 37	/	/
660	10, 13	/	/

2.3 指示剂用量影响

移取 15.00 mg 钡标准溶液, 分别加入不同体积的指示剂, 按滴定步骤进行操作, 结果见表 2。由表 2 可知, 加入的指示剂用量越多突跃越大; 根据观察到的滴定溶液颜色变化, 加入的指示剂用量越多溶液的底色越偏红, 仪器可以识别终点突跃, 肉眼则在指示剂用量达 0.35 mL 时就不易判别终点。当加入指示剂量为 ≥ 0.15 mL 时, 测定样品的第 1 终点和第 2 终点突跃 ΔE 值都大于 100 mV, 钡相对误差(RE)为-0.29%~+0.25%。因钡化合物产品的组成和成分比较单一, 测定样品试液颜色透彻明亮, 可不必多加指示剂量, 基于此确定指示剂加入量为 0.25 mL。

表 2 指示剂用量影响

Tab.2 Effect of the indicator dosage

指示剂用量/mL	$\Delta E/mV$		终点颜色变化	测得钡量/mg	RE/%
	第 1 终点	第 2 终点			
0.05	37, 32	17, 20	肉眼观察不明显	/	/
0.10	88, 85	64, 70	黄色→橙红色	14.876, 14.921	-0.83, -0.53
0.15	140, 146	115, 117	黄色→红色	14.957, 14.973	-0.29, -0.18
0.25	180, 175	160, 167	黄色→红色	15.018, 15.009	+0.12, +0.06
0.35	197, 190	172, 175	橙红色→红色	15.031, 15.024	+0.21, +0.16
0.50	220, 218	201, 198	红橙色→红色	14.991, 15.037	-0.06, +0.25

2.4 缓冲溶液用量影响

移取 15.00 mg 钡标准溶液, 分别加入不同体积的缓冲溶液, 按滴定步骤操作, 结果列于表 3。由表 3 可知, 加入 2~20 mL 的缓冲溶液都能很好的调控 pH, 钡测得值相对误差为-0.25%~+0.29%。实验采用 250 mL 的烧杯进行自动滴定, 滴定开始的总体积将控制在 150 mL 左右, 缓冲溶液可以适当多加, 并相对减少氢氧化钠溶液用量, 故选择加入 10 mL 缓冲溶液。

表 3 缓冲溶液用量影响

Tab.3 Effect of the buffer solution dosage

缓冲溶液用量/mL	测得钡量/mg	RE/%
2.0	14.962, 14.967	-0.25, -0.22
5.0	15.012, 15.044	+0.08, +0.29
10.0	14.968, 15.012	-0.21, +0.08
15.0	15.012, 15.038	+0.08, +0.25
20.0	15.033, 15.042	+0.22, +0.28

2.5 滴定 pH 值的选择

移取 15.00 mg 钡标准溶液, 滴定程序中改变设定的 pH 值。因指示剂为二甲酚橙, 考察了 pH 5.0~6.2 范围, 通过实验数据及第 1、第 2 终点的突跃 ΔE 值观察。因第 2 终点的突跃值通常高于第 1 终点的突跃值, 所以可以观察第 2 终点的突跃 ΔE 值来确定滴定时的 pH 值, 且第 1 终点后溶液 pH 值基本保持在调节值附近。按滴定步骤进行操作, 结果如表 4 所列。由表 4 可知, 在 pH 5.0~6.2 范围内, 测得钡量的相对误差在-0.26%~+0.50%, 期间终点突跃 ΔE 值有不同: pH 5.0~5.4 时第 2 终点的突跃 ΔE

<100 mV, pH 5.6~6.0 时第 2 终点的突跃 $\Delta E > 150$ mV。选择滴定 pH=5.8。

表 4 pH 值的影响

Tab.4 Effects of pH value

pH	第 2 终点 $\Delta E/mV$	测得钯量/mg	RE/%
5.0	22, 27	15.075, 15.052	+0.50, +0.35
5.2	50, 44	15.032, 15.071	+0.21, +0.47
5.4	89, 96	14.984, 14.993	-0.11, -0.05
5.5	114, 120	15.024, 15.047	+0.16, +0.31
5.6	153, 157	14.978, 14.985	-0.15, -0.10
5.8	167, 174	14.997, 15.017	-0.02, +0.11
6.0	158, 167	15.006, 14.991	+0.04, -0.06
6.2	147, 132	14.980, 14.961	-0.13, -0.26

2.6 硫脲溶液用量影响

移取 15.00 mg 钯标准溶液, 加入不同体积的硫脲溶液, 按滴定步骤进行操作, 结果列于表 5。表 5 中, 当加入 0.5 mL 硫脲溶液时, 因硫脲量不够, 钯-硫脲络合物不稳定, 搅拌下出现黑色浑浊物, 光度电极无法识别终点。加入 1.5~10.0 mL 的硫脲溶液测得钯的相对误差在 -0.21%~+0.43%。选择硫脲溶液加入量为 5 mL。

表 5 硫脲溶液用量影响

Tab.5 Effect of the dosage of thiourea solution

硫脲溶液用量/mL	测得钯量/mg	RE/%
0.5	/	/
1.0	12.371, 12.858	-17.53, -14.28
1.5	14.969, 14.973	-0.21, -0.18
2.0	14.940, 14.963	-0.40, -0.25
3.0	15.044, 15.003	+0.29, +0.02
5.0	15.012, 14.978	+0.08, -0.015
7.0	14.969, 14.991	-0.21, -0.06
10.0	15.022, 15.064	+0.15, +0.43

2.7 硫脲溶液络合钯的时间影响

移取 15.00 mg 钯标准溶液, 滴定程序中改变硫脲溶液后搅拌和等待时间, 当搅拌速率为 40% 时实验进行了搅拌 20 s、30 s、1 min、5 min、10 min、20 min、30 min、60 min, 测得钯的相对误差在 -0.22%~+0.27%, 结果基本一致, 表明硫脲析出钯的过程瞬间完成, 因此搅拌 20 s 后即可继续第 2 次滴定。选择滴定程序为加入硫脲溶液搅拌 30 s 后, 即进入第 2 次滴定。

2.8 共存离子的影响

基于硫酸四氨钯 YS/T 1280-2018、醋酸钯 YS/T 929-2013、硝酸钯 YS/T 931-2013 和二氯化钯 GB/T 8185-2020 产品标准中, 允许含量低于 0.003% 的铂、钌、铑、铈、铜、铁、镍、锌、银、金、铬、镉、铅、锡、铝、镁元素, 以及硫脲也是铜元素的特效络合剂^[12], 故重点对前述化合物中普遍存在的元素和铜元素干扰进行考察。移取 15.00 mg 钯标准溶液, 分别加入前述元素进行按滴定步骤进行测定, 结果列于表 6。由表 6 可知, 2.0 mg 铜不影响测定(因为硫脲快速析出铜还需要抗坏血酸和邻菲罗啉的存在, 故未进行最高量试验); 测得共存离子存在下, 钯相对误差为 -0.23%~+0.14%。

表 6 共存元素影响

Tab.6 Effect of the coexisting elements

共存元素	加入量/mg	测得钯量/mg	RE/%
Pt(IV)	0.01	15.015, 15.009	+0.10, +0.06
Ru(III)	0.005	14.978, 15.002	-0.15, +0.01
Rh(III)	0.005	15.008, 14.974	+0.05, -0.17
Ir(IV)	0.005	14.987, 15.011	-0.09, +0.07
Cu(II)	2.0	14.994, 14.986	-0.04, -0.09
Fe(III)	0.1	14.985, 15.009	-0.10, +0.06
Ni(II)	2.0	15.000, 14.976	+0.00, -0.16
Zn(II)	2.0	15.010, 15.015	+0.07, +0.10
Ag(I)	2.0	15.004, 15.007	+0.03, +0.05
Au(I)	0.1	14.984, 14.978	-0.11, -0.15
Cr(VI)	0.1	15.016, 15.002	+0.11, +0.01
Cd(II)	2.0	14.967, 15.009	-0.22, +0.06
Pb(II)	2.0	14.979, 14.927	-0.14, -0.49
Sn(IV)	1.0	14.966, 15.015	-0.23, +0.10
Al(III)	0.1	15.021, 15.012	+0.14, +0.08
Mg(II)	1.0	15.008, 14.996	+0.05, -0.03
混合干扰元素*		15.018, 15.021	+0.12, +0.14

*注: 混合干扰元素包括: Pt(IV)、Ru(III)、Rh(III)、Ir(IV)、Au(I)各 0.005 mg, Cu(II)、Fe(III)、Ni(II)、Zn(II)、Ag(I)、Cr(VI)、Cd(II)、Sn(IV)、Al(III)、Mg(II)各 0.05 mg。

2.9 方法精密度试验

分别称取 0.50 g (精确至 0.0001 g) 钯化合物样品于 300 mL 烧杯中, 加入少量水润湿样品, 加入 5 mL 硝酸, 15 mL 盐酸, 盖上表面皿, 置于电热板上低温加热至完全溶解, 取下, 用水冲洗表面皿及烧杯壁。转入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混

匀。移取适量上述试液,置于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 氯化钠溶液,低温蒸至近干,按滴定步骤进行样品钡含量的测定,结果如表 7 所列。由表 7 可知,钡化合物中钡含量在 19.59%~59.72%时,相对标准偏差(RSD, $n=11$)为 0.11%~0.19%。

表 7 方法精密度

Tab.7 Precision of the method

样品	测得值/%	平均值/%	RSD/%
硫酸四氢钡	39.273, 39.307, 39.375, 39.214, 39.192, 39.205, 39.239, 39.307, 39.337, 39.328, 39.183	39.27	0.16
醋酸钡	47.474, 47.538, 47.327, 47.380, 47.457, 47.422, 47.357, 47.314, 47.368, 47.458, 47.512,	47.42	0.15
硝酸钡	19.617, 19.579, 19.554, 19.545, 19.658, 19.595, 19.607, 19.624, 19.567, 19.548, 19.587	19.59	0.17
二氧化钡	59.727, 59.645, 59.741, 59.791, 59.642, 59.677, 59.697, 59.787, 59.841, 59.651, 59.775	59.72	0.11
溴化钡	36.104, 35.965, 36.102, 36.024, 35.927, 35.947, 36.104, 36.025, 36.107, 35.957, 35.984	36.02	0.19

表 8 样品加标回收率

Tab.8 Recovery rate of the sample spiked

样品	称样量/g	含钡/mg	加钡标准/mg	分取体积/mL	测得钡标准/mg	回收率/%
硫酸四氢钡	0.10012	39.317	30.00	10.00/50	30.078, 30.045, 30.069	100.15~100.26
	0.18751	73.635	20.00	15.00/100	19.950, 19.970, 19.956	99.75~99.85
	0.30121	118.285	10.00	10.00/100	9.980, 10.008, 10.019	99.80~100.19
醋酸钡	0.08012	37.993	30.00	10.00/50	29.922, 29.961, 29.892	99.64~99.87
	0.15472	73.368	20.00	15.00/100	20.002, 20.022, 20.030	100.01~100.15
	0.24571	116.516	10.00	10.00/100	10.020, 9.997, 9.987	99.87~100.20
硝酸钡	0.20045	39.268	30.00	10.00/50	30.012, 29.991, 29.952	99.84~100.04
	0.40572	79.481	20.00	15.00/100	19.950, 19.990, 19.974	99.75~99.95
	0.60721	118.952	10.00	10.00/100	10.022, 9.985, 10.015	99.85~100.22
二氧化钡	0.06012	35.904	30.00	10.00/50	29.985, 29.937, 29.961	99.79~99.95
	0.12457	74.393	20.00	15.00/100	19.994, 19.940, 20.008	99.70~100.04
	0.19741	117.893	10.00	10.00/100	10.020, 10.015, 9.972	99.72~100.20
溴化钡	0.10571	38.077	30.00	10.00/50	30.045, 30.018, 30.081	100.06~100.27
	0.18014	64.886	20.00	15.00/100	19.980, 19.970, 19.984	99.85~99.92
	0.28971	104.354	10.00	10.00/100	9.974, 10.014, 10.006	99.74~100.14

2.11 方法比对

分别将本法与 GB/T 23276-2009, YS/T 1318.1-2019 和 YS/T 1121.1-2016 进行方法结果比对,结果见表 9。由表 9 可知,三种方法测定结果极差为 0.02%~0.03%,结果基本一致。

3 结论

1) 采用 EDTA 溶液络合钡及共存离子,用自动光度滴定仪滴定过量 EDTA 为第 1 终点(不计数),用硫脲选择性析出钡-EDTA 中钡,再滴定与钡等量

2.10 样品加标回收试验

称取一定量的钡化合物样品,加入钡标准溶液,按照实验方法进行样品处理,试样完全溶解后移入容量瓶,分取试液后进行测定,结果见表 8。由表 8 可知,样品加标回收率为 99.64%~100.27%。

表 9 方法结果比对($n=11$)

Tab.9 Comparison of the analytical results with those obtained by different methods

样品	本法/%	国标*/%	行标**/%	极差/%
硫酸四氢钡	39.27	39.29	39.28	0.02
醋酸钡	47.42	47.43	47.44	0.02
硝酸钡	19.59	19.58	19.60	0.02
二氧化钡	59.72	59.69	59.72	0.03
溴化钡	36.02	36.02	36.00	0.02

注: 国标*方法为 GB/T 23276-2009; 行标**方法为 YS/T 1318.1-2019 (YS/T 1121.1-2016)。

的 EDTA 为第 2 终点(计数), 从而准确测定钯化合物中钯含量。

2) 用选择性析出试剂硫脲代替丁二肟, 解决了丁二肟钯絮状沉淀包裹影响自动光度测定仪指示电极灵敏度, 以及钯棕红色影响目视终点准确判断的难题。采用自动光度滴定减少了人工操作工作量, 分析速度和效率大幅提升, 方法尤其适合批量样品的分析。

3) 测定 19%~60%的钯化合物中钯含量, 方法相对标准偏差(*RSD*, $n=11$)为 0.11%~0.19%, 加标回收率为 99.64%~100.27%。结果与 GB/T 23276-2009, YS/T 1318.1-2019 和 YS/T 1121.1-2016 吻合。自动滴定法可更好避免观测误差, 测定的准确度和精密性有更好的保障, 对钯化合物及其他物料中含钯量的测定开辟了新的途径。

参考文献:

- [1] 侯君钊, 张圣欢, 闫爽, 等. 钯含量分析方法研究进展[J]. 化学分析计量, 2021, 30(12): 89-94.
HOU J Z, ZHANG S H, YAN S, et al. A research progress of analysis methods for contents of palladium[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2021, 30(12): 89-94.
- [2] 王艳红, 宫嘉辰, 张瑞峰. 水合肼还原-EDTA 滴定法测定氧化钯中钯[J]. 冶金分析, 2016, 36(10): 81-84.
WANG Y H, GONG J C, ZHANG R F. Determination of palladium in palladium oxide by EDTA titration with hydrazine hydrate reduction[J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(10): 81-84
- [3] 王艳红, 宫嘉辰, 陆小娟. 丁二肟沉淀钯-EDTA 滴定法测定富钯物料中的钯[J]. 有色矿冶, 2011, 27(5): 53-54.
WANG Y H, GONG J C, LU X J. Dimethylglyoxime precipitate palladium - determines palladium in the rich palladium material by EDTA titrimetric method[J]. Nonferrous Mining and Metallurgy, 2011, 27(5): 53-54.
- [4] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243). 钯化合物分析方法 钯量的测定 二甲基乙二肟析出 EDTA 络合滴定法: GB/T 23276-2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [5] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243). 硫酸四氨钯化学分析方法 第 1 部分: 钯含量的测定 丁二肟重量法: YS/T1318.1-2019[S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [6] 郁丰善. 丁二肟重量法测定双二苯基膦 二茂铁二氯化钯中钯的含量的研究[J]. 中国资源综合利用, 2017, 35(1): 23-25
YU F S. Determination of palladium content in bis-(diphenylphosphino)ferrocenedichloropalladium(II) by dimethylglyoxime gravimetry method[J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2017, 35(1): 23-25.
- [7] 高珺, 廖峻松 任小利, 等. 氢还原重量法测定氯化钯产品中的钯[J]. 中国无机分析化学, 2014, 4(4): 24-27.
GAO J, LIAO J S, REN X L, et al. Determination of palladium in palladium chloride by hydrogen reduction gravimetric method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2014, 4(4): 24-27.
- [8] 邢银娟, 甘建壮, 金娅秋, 等. 络合滴定法测定化合物中钯量的不确定度评定[J]. 贵金属, 2016, 37(3): 60-65.
XING Y J, GAN J Z, JIN Y Q, et al. Evaluation of uncertainty for palladium content in palladium compounds by complexometric titration[J]. Precious Metals, 2016, 37(3): 60-65.
- [9] 邢银娟, 杨军红, 甘建壮, 等. 自动电位滴定仪测定氯化钯中钯量[J]. 广州化工, 2019, 47(6): 78-79.
XING Y J, YANG J H, GAN J Z, et al. Determination of palladium in palladium chloride by automatic potentiometric titrator[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2019, 47(6): 78-79.
- [10] RAOO T K N, RAOOT S. Selective complexation titration for thiourea masking of palladium[J]. Talanta, 1981, 28(5): 327-328.
- [11] 郭照斌, 薛进敏, 张赣南. 钯合金中钯的络合滴定[J]. 分析实验室, 1984(6): 57-58.
GUO Z B, XUE J M, ZHANG G N. Complex titration of palladium alloys[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 1984(6): 57-58.
- [12] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243). 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 15072.8-2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.