

## 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  $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ 、 $\text{K}_2\text{PtCl}_4$ 、 $\text{PtCl}_4$ 、 $\text{Na}_2\text{PtCl}_6$ 、 $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  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  $\text{K}_2\text{PtCl}_4$  试料用盐酸与硝酸混合酸微波密闭分解;  $\text{PtCl}_4$  用盐酸与过氧化氢溶解。  $\text{Na}_2\text{PtCl}_6$ 、 $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  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( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho$ 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。混匀,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

推,交点所对应的体积为滴定的终点。

平行标定三份,所消耗高锰酸钾标准溶液体积的极差不应该超过 0.10 mL,取其平均值。

按式(1)计算高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{195.08 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

$c_0$ ——移取铂标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——移取铂标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——标定中所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

#### 4 装置及器具

- 4.1 恒电位仪。
- 4.2 磁力搅拌器。
- 4.3 指示电极:铂电极。
- 4.4 参比电极:饱和氯化钾甘汞电极。
- 4.5 微波溶样仪(功率不大于 1 200 W)。
- 4.6 微波溶样罐:容积 100 mL。
- 4.7 聚四氟乙烯溶样罐:容积 30 mL。
- 4.8 标准的容量瓶、移液管及滴定管。

#### 5 试样

样品储存于密闭容器内,用时现称。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

##### 6.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

##### 6.3 测定

###### 6.3.1 分解试料

6.3.1.1 将  $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$  和  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  试料置于微波溶样罐中,加 15 mL 盐酸、5 mL 硝酸,密闭。置于微波溶样仪中,设置分解条件为功率 600 W、温度 210℃、升温时间 15 min、恒温时间 25 min 和压力约 3 533 kPa(500 psi)进行分解。待分解结束,取出微波溶样罐。将试液转入 400 mL 烧杯中。加 5 mL 氯化钠溶液。

6.3.1.2 将  $\text{PtCl}_4$  试料置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,1.5 mL 过氧化氢低温加热溶解,取下,冷却。加 5 mL 氯化钠溶液。

6.3.1.3 将  $\text{Na}_2\text{PtCl}_6$ 、 $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  试料置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,低温加热溶解,取下,冷却。加 5 mL 氯化钠溶液。

###### 6.3.2 试液的处理

6.3.2.1 将试液(6.3.1.1)低温蒸至湿盐状,加 5 mL 盐酸,低温蒸至湿盐状。如此反复 3 次~4 次,取下。加 10 mL 盐酸,转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。

6.3.2.2 将试液(6.3.1.2、6.3.1.3)低温蒸至湿盐状,取下。加 10 mL 盐酸,转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。

6.3.2.3 移取 20.00 mL 试液(6.3.2.1 或 6.3.2.2)于 100 mL 烧杯中,低温蒸湿盐状,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,用水冲洗表面皿及杯壁。再重复吹气 1 次。

### 6.3.3 滴定

于上述试液(6.3.2.3)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,开动电磁搅拌器,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,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

## 7 分析结果的表述

按式(2)计算铂的质量分数  $w_{Pt}$ ,数值以%表示:

$$w_{Pt} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_5 \times 195.08}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $c$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- $V_3$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- $V_4$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_5$ ——滴定试液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至两位小数。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列相对允许差。

表 1

单位为%

铂质量分数	允许差
>30.00~40.00	0.15
>40.00~50.00	0.20
>50.00~60.00	0.25
>60.00~70.00	0.30
>70.00~95.00	0.35

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
铂化合物分析方法  
铂量的测定  
高锰酸钾电流滴定法  
YS/T 646—2007

\*

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](http://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 7 千字  
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

\*

书号:155066·2-17893 定价 10.00 元

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



YS/T 646—2007