



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.4—202X
代替GB/T 15072.4—2008

贵金属合金化学分析方法 第4部分：钯含量的测定

Methods for chemical analysis of precious metal alloys
Part 4: Determination of palladium content

(送审稿)

202XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 15072《贵金属合金化学分析方法》第 4 部分，GB/T 15072 由 17 个部分构成：

- 第 1 部分：金含量的测定。
- 第 2 部分：银含量的测定。
- 第 3 部分：铂含量的测定。
- 第 4 部分：钯含量的测定。
- 第 6 部分：铀含量的测定。
- 第 7 部分：多元素含量的测定。
- 第 8 部分：铜含量的测定。
- 第 9 部分：铟、铅含量的测定。
- 第 10 部分：镍含量的测定。
- 第 12 部分：钒、铈、钆、钇含量的测定。
- 第 17 部分：钨含量的测定。
- 第 20 部分：铑含量的测定。
- 第 21 部分：钌含量的测定。
- 第 22 部分：锰含量的测定。
- 第 23 部分：钴含量的测定。
- 第 24 部分：锡含量的测定。
- 第 25 部分：铜、锰、铋、镍含量的测定。

本文件代替 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 二甲基乙二醛肟重量法》；与 GB/T 15072.4-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法（见第 5 章）；
- b) 更改了适用范围和测定范围（见第 1 章，2008 年版第 1 章）；
- c) 将测定下限 5.0% 更改为 4.0%（见第 1 章，2008 年版第 1 章）；
- d) 删除了“允许差”要求（见 2008 年版 8.2）；
- e) 增加了“精密度”要求（见 4.7 和 5.7）；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：贵研检测科技（云南）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、南京市产品质量监督检验院（南京市质量发展与先进技术应用研究院）、贵研资源（易门）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、北矿检测技术股份有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、成都光明派特贵金属有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：王丹、陈雯、向磊、程山、梁洁、陶赛详、钱栋、金娅秋、朱武勋、李秋莹、李倍、韩继标、李娜、郁丰善、刘秋波、邵文英、陈晓科、罗荣根、张雪、林晶、左鸿毅、周世豪、蔡薇、马王蕊、栗生辰、陈能、刘振江、冯燕波、郭杨、徐萌琳、师世龙、张帆、陈丽华、赵霞、杨帆、李力、王杰玉、王懿轩。

本文件及其所替代文件发布情况：

本文件 1978 年首次发布，1994 年第一次修订，2008 年第二次修订，本次为第三次修订。

引 言

贵金属合金是由一种或多种贵金属（如金、银、铂、钯等）与其他金属或非金属元素组成的合金材料。这些合金不仅能够保持贵金属的优良属性，如耐腐蚀性、导电性、延展性等，还能通过添加其他金属来改变或增强合金的某些物理、化学或机械性能。这使得贵金属合金在提高材料实用性和降低成本方面具有重要意义，广泛应用于汽车工业、电子通讯、新能源、石油化工、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 15072 旨在建立一套化学成分分析的方法标准，以满足贵金属合金产品生产和贸易的需求。

GB/T 15072 由 17 个部分构成。

- 第 1 部分：金含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中金含量的方法。
- 第 2 部分：银含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中银含量的方法。
- 第 3 部分：铂含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铂含量的方法。
- 第 4 部分：钯含量的测定。目的在于建立重量法和滴定法测定贵金属合金中钯含量的方法。
- 第 6 部分：铱含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铱含量的方法。
- 第 7 部分：多元素含量的测定。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中多元素含量的测定方法。
- 第 8 部分：铜含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铜含量的方法。
- 第 9 部分：钨、钼含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钨、钼含量的方法。
- 第 10 部分：镍含量的测定。目的在于建立滴定法和重量法测定贵金属合金中镍含量的方法。
- 第 12 部分：钒、铈、钆、钇含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钒、铈、钆、钇含量的方法。
- 第 17 部分：钨含量的测定。目的在于建立重量法测定贵金属合金中钨含量的方法。
- 第 20 部分：铑含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定贵金属合金中铑含量的方法。
- 第 21 部分：钌含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钌含量的方法。
- 第 22 部分：锰含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锰含量的方法。
- 第 23 部分：钴含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钴含量的方法。
- 第 24 部分：锡含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锡含量的方法。
- 第 25 部分：铜、锰、铈、镍含量的测定。目的在于建立原子吸收光谱法测定贵金属合金中铜、锰、铈、镍含量的方法。

自 1978 年以来，先后发布了 2 个版本的 GB/T 15072。GB/T 15072.4-2008 发布实施已十余年，测定范围已不能完全覆盖产品标准要求。鉴于此，确有必要对 GB/T 15072.4-2008 进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件进一步提高了标准的适用性，测定范围完全覆盖产品标准要求，满足了市场需求。在提升贵金属合金产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

贵金属合金化学分析方法

第 4 部分：钯含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了二甲基乙二醛肟重量法和二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法对贵金属合金中钯含量的测定方法。

本文件适用于贵金属合金中钯含量的测定，测定范围（质量分数）：4.0%~95.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法 1 二甲基乙二醛肟重量法

4.1 原理

试料用硝酸分解，含金、铱、铂、铑、钨合金试料用盐酸与硝酸混合酸分解。亚硝酸钠还原分离金，氯化银沉淀分离银。在稀盐酸介质中，以二甲基乙二醛肟沉淀钯，重量法测定钯含量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

4.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

4.2.3 冰醋酸（ $\rho=1.05\text{ g/mL}$ ）。

4.2.4 无水乙醇（ $\rho=1.59\text{ g/mL}$ ）。

4.2.5 盐酸溶液（1+1）。

4.2.6 盐酸溶液（1+9）。

4.2.7 盐酸溶液（2+98）。

4.2.8 硝酸溶液（1+1）。

4.2.9 盐酸与硝酸混合酸：3 单位体积的盐酸（4.2.1）与 1 单位体积的硝酸（4.2.2）混合均匀。用时现配。

4.2.10 氨水溶液（1+1）。

- 4.2.11 氯化钠溶液（250 g/L）。
- 4.2.12 亚硝酸钠溶液（100 g/L）。
- 4.2.13 亚硝酸钠溶液（10 g/L）。
- 4.2.14 氢氧化钠溶液（100 g/L）。
- 4.2.15 二甲基乙二醛肟乙醇溶液（10 g/L）。
- 4.2.16 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（4.2.14），用水稀释至 100 mL。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 天平：感量 0.01 mg。
- 4.3.2 4 号玻璃砂芯坩埚：容积 30 mL。
- 4.3.3 烘箱（温度不大于 300°C）。
- 4.3.4 聚四氟乙烯消化罐：壁厚 25 mm，容积 30 mL，达到以上条件的消化罐均可使用。

4.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于 0.2 mm，长度、宽度不大于 2 mm。用冰醋酸浸泡 10 min 后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.00001 g。

表 1 试料量

Pd 的质量分数/%	试料/g
>4.0~10.0	0.40
>10.0~30.0	0.20
>30.0~60.0	0.10
>60.0~95.0	0.05

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 试料的溶解

4.5.4.1.1 将试料（4.5.1）置于 300 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸（4.2.2），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 2 mL 氯化钠溶液（4.2.11），蒸至湿盐状。

4.5.4.1.2 将含铱、铂、铑、金合金试料（4.5.1）置于聚四氟乙烯消化罐中，加 20 mL 盐酸与硝酸混合酸（4.2.9），于烘箱中 150°C ± 5°C 溶解 12 h。将溶液转至 400 mL 烧杯中，加 2 mL 氯化钠溶液（4.2.11），蒸至湿盐状。

4.5.4.1.3 将含钨合金试料（4.5.1）置于 300 mL 烧杯中，加 30 mL 混合酸（4.2.9），盖上表面皿，低温加热溶解，可反复添加混合酸，直至观察不到黑色颗粒即为溶解完全。蒸发至约 10 mL，取下，冷却。

4.5.4.2 分离

4.5.4.2.1 不含金、银合金试料残渣（4.5.4.1.1）、（4.5.4.1.2）中加 10 mL 盐酸（4.2.1），蒸至湿盐状，反复 2 次。

4.5.4.2.2 含金、银合金试料残渣（4.5.4.1.1）、（4.5.4.1.2）中加 4 mL 盐酸溶液（4.2.5）、100 mL 水，加热煮沸至沉淀凝聚，取下，冷却。用定性滤纸过滤，用盐酸溶液（4.2.7）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 2 滴百里酚蓝溶液（4.2.16），滴用氢氧化钠溶液（4.2.14）使试液由红色变橙色（pH 值≈2），加热至沸，于搅动下滴加 15 mL 亚硝酸钠溶液（4.2.12），煮沸 30 min 至沉淀凝聚。用定性滤纸过滤，用约 85°C 亚硝酸钠溶液（4.2.13）洗涤烧杯及沉淀各 5 次，用 5 mL 盐酸溶液（4.2.6）滴入烧杯边沿和滤纸上，并用约 85°C 热水洗涤烧杯及沉淀各 10 次，弃去沉淀。加 2 mL 氯化钠溶液（4.2.11），蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸（4.2.1），蒸至湿盐状，反复 2 次。

4.5.4.2.3 含钨合金试料残渣（4.5.4.1.3）中加 30 mL 水，用定性滤纸过滤。用硝酸溶液（4.2.8）洗涤烧杯及沉淀各 10 次。弃去沉淀，滤液收集在 400 mL 烧杯中，加 2 mL 氯化钠溶液（4.2.11），蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸（4.2.1），蒸至湿盐状，反复 2 次。

4.5.4.3 沉淀

试料残渣（4.5.4.2.1）、（4.5.4.2.2）、（4.5.4.2.3）中加 10 mL 盐酸（4.2.1）、200 mL 水，于搅动下滴加 50 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液（4.2.16），并继续搅动 3 min，静置 2 h。

4.5.4.4 过滤

将沉淀（4.5.4.3）抽滤于预先洗净、干燥、已恒重好的 4 号玻璃砂芯坩埚中，用盐酸溶液（4.2.9）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 5 mL 无水乙醇（4.2.4）洗涤玻璃砂芯坩埚及沉淀 3 次。将玻璃砂芯坩埚置于温度为 110°C 的烘箱中烘干 1.5 h。取出，置于干燥器中 30 min，称重，如此反复，直至恒重。

4.6 试验数据处理

钯含量以钯的质量分数（ w_{Pd} ）计，按公式（1）计算：

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

式中：

m_2 ——二甲基乙二醛肟钯沉淀和坩埚的质量，单位为克（g）；

m_1 ——坩埚的质量，单位为克（g）；

m_0 ——空白值，单位为克（g）；

0.3161——二甲基乙二醛肟钯换算成钯的因数；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

试验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

精密度数据是在 2024 年由 13 家实验室对钯含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钯含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）根据表 2 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 2 重复性限

钯的质量分数/%	4.93	59.99	94.90
r /%	0.07	0.16	0.20

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 3 数据采用线性内插法求得。精密度数据统计见附录 A。

表 3 再现性限

钯的质量分数/%	4.94	60.00	94.90
R /%	0.07	0.21	0.21

5 方法 2 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法

5.1 原理

试料用硝酸分解，含金、铂、铱、铑、钨合金试料用盐酸与硝酸混合酸分解。金用磷酸三丁酯-三氯甲烷萃取分离。加过量 EDTA 络合钯及其他金属离子，在 pH 值 ≈ 5.8 条件下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，用三氯甲烷萃取二甲基乙二醛肟-钯沉淀，以锌标准滴定溶液滴定测定钯含量。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 5.2.1 三氯甲烷 ($\rho=1.48 \text{ g/mL}$)。
- 5.2.2 盐酸 ($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。
- 5.2.3 硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。
- 5.2.4 盐酸溶液 (1+2)。
- 5.2.5 硝酸溶液 (1+1)。
- 5.2.6 盐酸与硝酸混合酸：3单位体积的盐酸 (5.2.2) 与1单位体积的硝酸 (5.2.3) 混合均匀。用时现配。
- 5.2.7 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 (0.03 mol/L)。
- 5.2.8 磷酸三丁酯-三氯甲烷混合溶液：1体积磷酸三丁酯与2体积三氯甲烷混合。
- 5.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH值 ≈ 5.8)：称取100 g无水乙酸钠置于600 mL烧杯中，加入10 mL冰乙酸，用水稀释至体积为500 mL。
- 5.2.10 二甲基乙二醛肟乙醇溶液 (10 g/L)。
- 5.2.11 氢氧化钠溶液 (200 g/L)。
- 5.2.12 氯化钠溶液 (250 g/L)。
- 5.2.13 二甲酚橙溶液 (2 g/L)。
- 5.2.14 锌标准滴定溶液，约0.008 mol/L，按以下步骤进行配置和标定。

a) 配制：称取1.048 g金属锌 ($w_{\text{Zn}}\geq 99.99\%$)，置于150 mL烧杯中，加10 mL硝酸溶液 (5.2.3)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，蒸发至约2 mL，用水冲洗表面皿及烧杯壁，用水转入2000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

b) 标定：标定与试料的滴定平行进行。

移取10.00 mL钯标准溶液 (5.2.15)，置于300 mL烧杯中。加入2 mL氯化钠溶液 (5.2.12)，低温蒸至湿盐状。加入100 mL水、5 mL EDTA溶液 (5.2.7)、20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (5.2.9)，搅动下加入7滴二甲酚橙溶液 (5.2.13)，滴加氢氧化钠溶液 (5.2.11) 至pH值 ≈ 5.8 ，用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成红色为终点。不记数。

于滴定至第一终点的溶液中，加入 10 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液 (5.2.10)，搅动 1 min，静置 15 min。加入 10 mL 三氯甲烷 (5.2.1)，继续搅动至溶液清亮，用用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成红色为终点。所消耗锌标准滴定溶液的体积为 V_2 。

平行标定3份，所消耗的锌标准滴定溶液体积的极差值应不超过0.05 mL，取其平均值。
按公式（2）计算锌标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{106.42 \times V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——锌标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升(mol/mL)；

c_0 ——钯标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 ——移取钯标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

106.42——钯的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

V_2 ——标定时，所消耗的锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.2.15 钯标准溶液：称取0.50 g金属钯片（ $w_{Pd} \geq 99.99\%$ ），精确至0.00001 g，置于250 mL烧杯中，加入10 mL盐酸与硝酸的混合酸（5.2.6），盖上表面皿，低温加热至完全溶解。用水冲洗表面皿及烧杯壁，加入5 mL氯化钠溶液（5.2.12），低温蒸至湿盐状。加入3 mL盐酸（5.2.2），低温蒸至湿盐状，重复3次，取下。加入250 mL盐酸（5.2.2），转入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1 mg钯。

5.3 仪器设备

5.3.1 天平：感量0.01 mg。

5.3.2 烘箱（温度不大于300℃）。

5.3.3 聚四氟乙烯消化罐：壁厚25 mm，容积30 mL，达到以上条件的消化罐均可使用。

5.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于0.2 mm，长度、宽度不大于2 mm。用冰醋酸浸泡10 min后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

按表4称取试样，精确至0.00001 g。

表4 试料量、定容和分取体积

Pd 的质量分数/%	试料/g	定容体积/mL	分取体积/mL
>4.0~10.0	0.10	/	/
>10.0~20.0	0.50	100	10.00
>20.0~50.0	0.40	200	10.00
>50.0~95.0	0.20	200	10.00

5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 溶解

5.5.4.1.1 将试料（5.5.1）置于300 mL烧杯中，加10 mL硝酸（5.2.3），盖上表面皿，低温加热溶解。取下，冷却。

5.5.4.1.2 将含金、铂、铱、铪、钨试料（5.5.1）置于聚四氟乙烯消化罐中，加20 mL混合酸（5.2.6），

于烘箱中 150°C±5°C 溶解 12 h。

5.5.4.2 试液的处理

5.5.4.2.1 不含金的试液 (5.5.4.1.1)、(5.5.4.1.2) 按表 4 定容、分取。加 2 mL 氯化钠溶液 (5.2.12)，低温蒸至湿盐状。加入 3 mL 盐酸 (5.2.2) 蒸至湿盐状，重复 3~4 次。

5.5.4.2.2 含金的试液 (5.5.4.1.1)、(5.5.4.1.2) 按表 4 定容、分取。

5.5.4.3 分离

含金试液 (5.5.4.2.2) 转入 125 mL 分液漏斗中，加 10 mL 磷酸三丁酯-三氯甲烷混合溶液 (5.2.8)，10 mL 盐酸溶液 (5.2.4)，萃取 2 min，静置 5 min，从分液漏斗下口放出下层有机相，上层水相再重复萃取 1 次。将水相从分液漏斗上口转入 300 mL 烧杯中，用水冲洗分液漏斗，洗液并入烧杯中，加 2 mL 氯化钠溶液 (5.2.12)，低温蒸至湿盐状。加入 3 mL 盐酸 (5.2.2) 蒸至湿盐状，重复 3~4 次。

5.5.4.4 滴定

分别于残渣 (5.5.4.2)、(5.5.4.3) 中加入 100 mL 水、5 mL EDTA 溶液 (5.2.7)、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (5.2.9)，搅动下加入 7 滴二甲酚橙溶液 (5.2.13)，滴加氢氧化钠溶液 (5.2.11) 至 pH 值≈5.8，用锌标准滴定溶液滴定至试液由黄色变为红色为终点，含 Cu 高时由黄绿色变为紫红色为终点。不记数。

于滴定至第一终点的溶液中，加入 10 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液，搅动 1 min，静置 15 min。加入 10 mL 三氯甲烷 (5.2.1)，继续搅动至溶液清亮，用锌标准滴定溶液 (5.2.14) 滴定至溶液由黄色变为红色为终点，含 Cu 高时由黄绿色变为紫红色为终点。所消耗锌标准滴定溶液的体积为 V_3 。

5.6 试验数据处理

钯含量以钯的质量分数 (w_{Pd}) 计，按公式 (3) 计算：

$$w_{Pd} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_4 \times 106.42 \times 10^{-3}}{m_3 \cdot V_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——锌标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升 (mol/mL)；

V_3 ——滴定试液所消耗的锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_4 ——试液的定容体积，单位为毫升 (mL)；

V_5 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)；

106.42——钯的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)；

m_3 ——试料的质量，单位为克 (g)；

V_5 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

试验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

精密度数据是在 2024 年由 11 家实验室对钯含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钯含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 5 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 根据表 5 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 5 重复性限

Pd 的质量分数/%	4.93	59.98	94.87
------------	------	-------	-------

$r/\%$	0.07	0.17	0.22
--------	------	------	------

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 6 数据采用线性内插法求得。精密度数据统计见附录 A。

表 6 再现性限

Pd 的质量分数/%	4.93	59.98	94.87
$R/\%$	0.07	0.20	0.22

6 试验报告

本章规定试验报告所包含的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录A (资料性)

精密度统计数据

表 A.1 给出了方法 1 二甲基乙二醛肟重量法(2024 年由 13 家实验室对钯含量的 3 个不同水平样品, 在重复性条件下独立测定 7 次)的精密度统计数据。表 A.2 给出了方法 1 二甲基乙二醛肟析出 EDTA 络合滴定法(2024 年由 11 家实验室对钯含量的 3 个不同水平样品, 在重复性条件下独立测定 7 次)的精密度统计数据。

表 A.1 方法 1 精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 %	重复性标准差 (S_r)	再现性标准差 (S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Pd	1	0	12	84	4.93	0.0068	0.027	0.07	0.07
	2	1	13	90	59.95	0.048	0.075	0.16	0.21
	3	0	12	84	94.91	0.020	0.076	0.20	0.21

表 A.2 方法 2 精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 %	重复性标准差 (S_r)	再现性标准差 (S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Pd	1	0	10	70	4.93	0.011	0.026	0.07	0.07
	2	0	10	70	59.95	0.043	0.073	0.17	0.20
	3	0	11	77	94.89	0.0098	0.080	0.22	0.22

附录 B

(资料性)

精密度试验原始数据

方法1二甲基乙二醛肟重量法试验验证原始数据是在2024年由13家实验室对钯含量的3个样品进行试验，每个水平的钯含量在重复性条件下独立测定7次，结果见表B.1。方法2二甲基乙二醛肟析出EDTA络合滴定法试验验证原始数据是在2024年由11家实验室对钯含量的3个样品进行试验，每个水平的钯含量在重复性条件下独立测定7次，结果见表B.2。

表B.1 方法1贵金属合金中钯含量验证试验原始数据

元素	实验数	水平数	钯（质量分数）/%，n=7							平均值 %	RSD %	
			1	2	3	4	5	6	7			
Pd	1	1	4.93	4.94	4.95	4.96	4.93	4.92	4.92	4.94	0.31	
		2	60.00	59.97	60.03	60.08	59.98	59.90	60.05	60.00	0.10	
		3	94.84	94.87	94.80	94.91	94.96	94.95	94.94	94.94	94.90	0.06
	2	1	4.94	4.95	4.94	4.93	4.95	4.94	4.95	4.94	4.94	0.15
		2	59.98	60.00	59.95	59.99	60.01	59.96	60.01	59.99	59.99	0.04
		3	94.89	94.91	94.90	94.91	94.86	94.85	94.83	94.88	94.88	0.03
	3	1	4.91	4.92	4.93	4.94	4.93	4.95	4.92	4.93	4.93	0.27
		2	59.94	59.95	59.94	59.98	60.01	60.02	59.96	59.97	59.97	0.05
		3	94.84	94.89	94.93	94.92	94.93	94.89	94.93	94.90	94.90	0.04
	4	1	4.95	4.90	4.92	4.98	4.90	4.96	4.98	4.94	4.94	0.71
		2	59.94	59.80	59.92	59.87	59.96	59.89	59.95	59.90	59.90	0.09
		3	94.86	94.92	94.73	94.97	94.94	94.83	94.96	94.89	94.89	0.09
	5	1	4.91	4.91	4.94	4.93	4.94	4.92	4.91	4.92	4.92	0.28
		2	60.09	59.94	60.07	60.07	60.01	60.08	60.01	60.04	60.04	0.09
		3	94.93	94.96	94.96	94.79	94.97	94.83	94.80	94.89	94.89	0.09
	6	1	4.93	4.92	4.90	4.95	4.94	4.89	4.95	4.93	4.93	0.48
		2	59.91	60.07	59.97	60.02	59.95	59.84	59.88	59.95	59.95	0.13
		3	94.88	94.75	95.02	94.78	94.94	94.84	94.79	94.86	94.86	0.10
	7	1	4.93	4.92	4.95	4.94	4.95	4.94	4.93	4.94	4.94	0.23
		2	60.00	60.04	59.95	59.97	59.97	60.01	59.99	59.99	59.99	0.05
		3	94.83	94.95	94.92	94.86	94.84	94.96	94.82	94.88	94.88	0.06
	8	1	4.97	4.92	4.93	4.89	4.95	4.88	4.92	4.92	4.92	0.64
		2	60.00	59.84	59.40**	59.87	59.97	59.95	59.88	94.91	0.09	
		3	94.95	94.82	94.99	94.92	95.01	94.89	94.77	4.92	0.33	
	9	1	4.90	4.95	4.93	4.92	4.91	4.92	4.93	59.99	0.06	
		2	59.99	60.01	60.05	59.97	59.95	60.02	59.96	94.94	0.05	
		3	94.96	94.98	94.95	94.88	94.97	94.86	94.98	4.90	0.68	
	10	1	4.94	4.87	4.88	4.95	4.87	4.88	4.90	59.93	0.15	
		2	60.02	59.84	60.02	59.93	59.97	59.79	59.93	94.90	0.08	
		3	94.90	94.81	95.00	94.90	95.00	94.90	94.81	59.85	0.06	
	11	2	59.79	59.82	59.83	59.85	59.91	59.86	59.86	4.92	0.40	
	12	1	4.92	4.94	4.90	4.93	4.90	4.91	4.95	59.96	0.12	
		2	59.98	60.01	59.85	59.88	59.98	59.94	60.06	94.92	0.09	
		3	94.85	94.99	94.98	95.03	94.88	94.81	94.92	4.93	1.03	
	13	1	4.98	4.95	4.88	4.89	4.86	4.93	4.99	59.89	0.10	

元素	实验数	水平数	钯（质量分数）/%，n=7							平均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6	7		
		2	59.88	59.87	59.93	59.95	59.96	59.79	59.86	94.99	0.10
		3	94.85	94.89	94.96	95.02	95.06	95.06	95.09	4.94	0.31

注：歧离值用（*）标出，离群值用（**）标出

表B.2 方法2贵金属合金中钯含量验证试验原始数据

元素	实验数	水平数	钯（质量分数）/%，n=7							平均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6	7		
Pd	1	1	4.91	4.92	4.95	4.93	4.94	4.91	4.95	4.93	0.35
		2	59.98	59.94	59.90	60.08	60.00	59.87	60.10	59.98	0.14
		3	94.85	94.89	94.87	95.01	94.79	94.92	94.79	94.87	0.08
	2	1	4.90	4.95	4.92	4.92	4.95	4.91	4.95	4.93	0.43
		2	59.95	60.01	59.94	59.95	60.02	59.94	60.02	59.98	0.06
		3	94.79	94.93	94.80	95.00	94.85	94.87	94.83	94.87	0.08
	3	1	4.92	4.92	4.94	4.95	4.94	4.95	4.93	4.94	0.26
		2	59.96	59.95	59.94	59.97	60.00	60.01	59.97	59.97	0.04
		3	94.85	94.91	94.94	94.93	94.95	94.89	94.92	94.91	0.04
	4	2	59.94	59.92	59.81	59.86	59.97	59.84	59.88	59.89	0.10
		3	95.00	95.05	95.06	94.89	94.82	95.09	94.86	94.97	0.11
	5	1	4.90	4.92	4.95	4.92	4.92	4.94	4.90	4.92	0.38
		2	59.91	60.12	59.97	60.00	60.15	59.97	59.91	60.00	0.16
		3	94.88	94.78	94.83	94.93	94.88	94.97	94.88	94.88	0.07
	6	1	4.91	4.89	4.92	4.91	4.95	4.90	4.88	4.91	0.46
		2	59.92	59.89	60.07	59.90	59.89	59.94	59.86	59.92	0.12
		3	94.81	94.88	94.79	95.03	94.77	94.85	94.82	94.85	0.09
	7	1	4.93	4.92	4.94	4.92	4.93	4.94	4.93	4.93	0.17
		2	60.03	59.97	59.95	59.91	59.98	59.94	59.98	59.97	0.06
		3	94.85	94.95	94.90	94.81	94.83	94.85	94.99	94.88	0.07
	8	1	4.97	4.92	4.91	4.89	4.85	4.88	4.99	4.92	1.01
		3	94.82	95.04	94.98	94.95	94.79	94.88	94.85	94.90	0.10
	9	1	4.99	4.91	4.95	4.98	4.97	4.96	4.97	4.96	0.53
		2	59.95	59.96	59.89	59.92	59.99	60.05	59.99	59.96	0.09
		3	94.88	94.79	94.85	94.79	94.89	95.03	94.91	94.88	0.09
	10	1	4.91	4.93	4.92	4.93	4.91	4.93	4.94	4.92	0.23
		2	59.89	59.95	60.02	59.89	59.95	60.02	59.95	59.95	0.09
		3	94.71	94.81	95.00	94.90	95.00	94.90	94.81	94.88	0.11
	11	1	4.95	4.91	4.89	4.94	4.92	4.91	4.90	4.92	0.43
		2	59.79	59.82	59.83	59.85	59.91	59.86	59.86	59.85	0.06
		3	94.95	94.99	94.91	94.86	94.87	94.94	94.86	94.91	0.05

注：歧离值用（*）标出，离群值用（**）标出