ICS 77.120.99

H 15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－20xx

氯化钯化学分析方法 第1部分

钯量的测定

丁二酮肟重量法

**Chemical analysis methods of palladium chloride**

**Part 1:Determination of platinum content-**

**Dimethylglyoxime gravimetry**

（预审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

《氯化钯化学分析方法》分为两个部分：

 第1部分：钯量的测定 丁二酮肟重量法

 第2部分：镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的测定 电感耦合等离子质谱法

本标准是按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准负责起草单位：北京有色金属研究总院。

标准参与起草单位：江西汉氏铂业股份有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司、贵研铂业股份有限公司、浙江省冶金研究院、紫金矿业股份有限公司。

本标准主要起草人： 张金娥、陈雄飞、李娜、张晓、

**氯化钯化学分析方法**

**第1部分丁二酮肟沉淀重量法**

##### 1 范围

本部分规定了氯化钯中钯的测定方法。

本部分适用于氯化钯中钯的测定，测定范围≥59%。

##### 2方法原理

试料用盐酸溶解，以丁二酮肟沉淀钯，烘干沉淀，恒重，并计算钯的质量分数。

##### 3试剂和材料

如无特殊说明，所用试剂均为分析纯试剂，制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水或相当纯度的实验室用水。

3.1 盐酸（ρ1.19g/mL），优级纯。

3.2 盐酸（1+1），用时现配。

3.3 盐酸（1+99），用时现配。

3.4 丁二酮肟乙醇溶液（10 g/L）：称取1 g丁二酮肟，于100 mL乙醇溶液中溶解，混匀。

3.6 G4玻璃砂芯漏斗（粒度3μm~4μm）。

##### 4分析步骤

##### 4.1试料

称取0.1 g试样，精确至0.0001 g。

##### 4.2测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

##### 4.3测定

4.3.1 将试料(4.1)置于400 mL烧杯中，加入10 mL盐酸(3.2)，加热至试料完全溶解，冷却。以水吹洗表皿和杯壁至约150 mL。搅拌下加入50mL丁二酮肟乙醇溶液(3.4)，并继续搅动3 min，静置4h。

4.3.2 将空的玻璃砂芯漏斗(3.6)置于烘箱中，逐渐升温至120℃，保持2h。取出，置于干燥器中1 h，称重。重复以上步骤，直至恒重。

4.3.3用已恒重的玻璃砂芯漏斗（4.3.2）抽滤溶液中的沉淀（4.3.1），用盐酸（3.3）洗涤烧杯和沉淀各6~8次，并用带有橡皮头的玻璃棒擦洗烧杯壁，再用水洗涤烧杯及沉淀各5次。将玻璃砂芯漏斗置于烘箱中，逐渐升温至120℃，保持2h。取出，置于干燥器中，冷却1h，称重。重复以上步骤，直至恒重。

##### 5 分析结果的计算

钯含量以钯的质量分数*w*Pd计，数值以%表示，按式（1）计算：

$w\_{pd}=\frac{\left（m\_{1}-m\_{0}\right）×0.3161}{m}×100 \%$……………………………（1）

式中：

m1 称得丁二酮肟钯和玻璃砂芯漏斗的质量，单位为克（g）；

m0 空玻璃砂芯漏斗的质量，单位为克（g）；

0.3161 丁二酮肟钯对钯的质量换算系数；

m 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

##### 6精密度

##### 6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下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%。

**表1重复性限**

|  |  |
| --- | --- |
| *w*Pd/% |  |
| *r*/% |  |

##### 6.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

**表2 再现性限**

|  |  |
| --- | --- |
| *w*Pd/% |  |
| *R*/% |  |

##### 7试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试样；

—— 使用的标准，YS/T XX-XX；

—— 使用的方法；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察的异常现象；

—— 实验日期。