ICS 77.120.99

H 68

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－xxxx

1,2-双二苯基膦乙烷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

 **Method for chemical analysis Bis(diphenylphosphino)ethane]dichloropalladium(II)**

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

**Dimethylglyoxime gravimetry**

（征求意见稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T XXXX 《1,2-双二苯基膦乙烷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：铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为YS/T XXXX的第1部分。

本部分按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本部分起草单位：江西省汉氏贵金属有限公司、有色金属技术经济研究院、贵研资源（易门）有限公司、北京有色金属研究院、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、浙江省冶金研究院有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、广州有色金属研究院、江西悦诚科技有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本部分主要起草人：xxxxx、xxxxx、xxxxx、xxxxx、xxxxx、xxxxx、xxxxx、xxxxx。

1,2-双二苯基膦乙烷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

1 范围

YS/T xxxx的本部分规定了1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯含量的测定方法。

本部分适用于1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯含量的测定。测定范围：17.00%**～**19.00%。

2 方法提要

试料经硝酸、盐酸和高氯酸溶解，破坏有机物。在稀盐酸介质中，丁二酮肟沉淀钯与共存离子分离，重量法测定钯的质量分数。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅适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。

3.1 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.2 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.3 高氯酸（ρ1.76 g/mL）。

3.4 无水乙醇（ρ0.79 g/mL）。

3.5 盐酸（1+99）。

3.6 丁二酮肟乙醇溶液（10 g/L）称取10 g丁二酮肟，于1000 mL无水乙醇溶液中溶解，混匀。

3.7 G4玻璃砂芯坩埚。

4 试样

样品储存于密闭容器内，用时现称。

5 分析步骤

5.1试料

 称取0.30g试样，精确至0.0001 g。

5.2 平行试验

 独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于500 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（3.1）和10 mL硝酸（3.2），盖上表面皿，低温加热溶解。取下，冷却，加入10 mL高氯酸（3.3），盖上表面皿，分解有机物至烧杯底部冒大量白烟。取下，冷却，用少量水冲洗表面皿及杯壁，加入2 mL盐酸（3.1）和300mL水，加热至约80℃。取下，于搅拌下加入50 mL丁二酮肟乙醇溶液（3.6），在出现沉淀后继续搅拌3min，静置5h。

5.3.2 用已恒重的G4玻璃砂芯坩埚（3.7）抽滤丁二酮肟钯沉淀，用盐酸（3.5）洗涤烧杯（并用带橡皮头的玻璃棒擦烧杯边沿）及沉淀各10次，每次约10 mL，用约60℃**～**70℃的热水洗涤烧杯及沉淀各5次。

5.3.3将玻璃砂芯坩埚于已恒温110℃的干燥箱中烘干2h取出，置于干燥器中冷却30 min后称取质量，直至恒重。

6 分析结果的计算

钯含量以钯的质量分数*w*Pd计，按公式（1）计算：

……………………………（1）

式中：

*m*2——丁二酮肟钯和玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*1——玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）；

0.3161——丁二酮肟钯对钯的质量换算系数。

分析结果保留至小数点后两位。

7 精密度

7.1 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)，以大于重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限（r）按表1采用线性内插法或外延法求得。

表1重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 钯的质量分数/% | 17.32 | 17.61 | 18.24 |
| 重复性限（r）/% | 0.05 | 0.08 | 0.13 |

7.2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或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 钯的质量分数/% | 17.32 | 17.61 | 18.24 |
| 再现性限（R）/% | 0.09 | 0.13 | 0.17 |

8 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（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；

—— 测定中观察的异常现象；

—— 实验日期。