1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯化学分析法

第1部分：钯量的测定

丁二酮肟重量法

编制说明

江西省汉氏贵金属有限公司

2018年02月

1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯化学分析法

第1部分：钯量的测定

丁二酮肟重量法

**1 工作简况**

**1.1 任务来源与协作单位**

1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯是重要的贵金属催化剂，催化烯烃的氢化、硝基苯的加氢还原、烯烃氧化、烯烃一氧化碳羰基化、催化格式试剂与卤代烃的偶联等反应，在医药工业有机合成工业及科研领域都有较大需求，随着我国工业长足发展1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯的需求量也得到了较快的发展。

然而通过对国内外文献及标准进行查阅， 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯通常采用不同的方法进行测定，各个公司都有自己的检测方法及标准，造成检测时的各种问题。同时尚未见 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯相应的标准分析方法发布。为了对产品质量的更好监控，满足生产需要，使得建立 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯量的测定方法成为必要。经过长期的试验积累，采用重量法测定 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯量，称样量小、方法准确稳定、结果偏差小、测定结果令人满意。所以在反复实验和调研的基础上编写的；标准具有实用性、可操作性；标准技术先进、结构合理、文字简练、条理清晰，能够满足生产和使用需要。

江西省汉氏贵金属有限公司于2015年向上级主管部门提出 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯分析方法 钯量的测定 丁二酮肟重量法行业标准计划书，于2016年4月获全国有色金属标准化技术委员会批准，项目起止时间为2017年01月～2018年12月，计划文工信厅科〔2016〕58号，计划编号为2016-0210T-YS，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，标准起草单位为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。

本标准主要起草人为：xxxx、xxxxx、xxx、xxxx、xxxxx、xxx。

**1.2 主要工作过程、标准主要起草人做作的工作**

接到标准制定任务后，根据标委会要求，我们于2016年5月组建了1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯行业标准编制小组，由品控部主责，其他相关部门全力配合共同确定了1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯行业标准的原则。

江西省汉氏贵金属有限公司明确了标准的进度安排、任务分工、确定了编制标准的工作计划及技术路线。为确保制定标准的质量和水平，江西省汉氏贵金属有限公司主持召开了该标准的内部预审会。同时，根据全国有色金属标准化技术委员会的要求，我们于2017年10月开展样品分析验证工作，并将标准分析方法讨论稿、编制说明和样品提交验证单位，以进行标准分析方法主要技术条件和样品分析结果准确度、精密度的验证实验。

1. 2016年11月01日～11月04日在江西省南昌市召开有色金属标准工作会议，会上确定了该标准的完成时间节点和验证单位名单。

**2 标准编制原则和标准主要内容的确定**

**2.1 编制原则**

对国内外相关方面文献及标准进行了详细的查新检索，1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯通常采用仪器进行测定，测定结果偏差较大，检测方法不适用于实际生产需要。同时尚未见1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯相应的标准分析方法发布。经过长期的试验积累，采用丁二酮肟重量法测定1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯量，称样量小、方法准确稳定、结果偏差小、周期短、测定结果令人满意，本标准在制定时，提出以下编制原则。

2.1.1 本标准所涉及的试料加酸量，应能满足试料的分解及溶解要求。

2.1.2 本标准所涉及的测定酸度，应满足试料分析结果准确、可靠的测定要求。

**2.2 确定标准主要内容的依据**

2.2.1 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中盐酸，硝酸及高氯酸的加入量

由于1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯需要处理掉有机物再进行溶解，采用盐酸，硝酸，高氯酸的溶解方法，加15 mL盐酸、10 mL硝酸、 10 mL高氯酸，即可满足测定要求。

2.2.2 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中丁二酮肟的加入量

由于溶液中钯的离子与丁二酮肟络合成丁二酮肟钯，所以试选了丁二酮肟加入量为30 mL、40 mL、50 mL、60 mL、70 mL分别进行实验，结果表明，所测数据表明加入50 mL得到结果比较准确。

2.2.3 关于测定酸度的确定

盐酸加入量为0.5 mL、1 mL、2 mL和3mL，结果表明，本次试验选择加入量为2 mL。

2.2.4 1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯沉淀时间的确定

丁二酮肟与钯反应产生沉淀后静置时间也会对含量的检测产生影响，只有静置完全结果才准确，静置的时间分别为1 h、2 h、4 h、5 h、7 h和过夜，当静置时间小于5 h沉淀以上时其质量分数几乎不变，在实际检测中操作者可以根据时间安排进行。

**2.3 本标准的适用范围：**

本标准适用于1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中钯含量的测定。

**2.4 钯量的测定范围：**

钯含量为：17.00%~19.00%。

**3 验证试验结果**

**3.1 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大于重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过5%为前提。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 |

**3.2** 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 |

**4 与国内外同类标准对比**

检索ISO、ASTM、EN、JIS、DIN及我国国家和行业标准，均无与1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯 钯量的测定 检测的相关的产品标准；本标准是首次制订，填补了国际、国内1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯产品中钯质量分数检测方法标准的空白。

**5 标准实施的建议**

建议该标准作为推荐性行业标准。