四氯钯酸钠化学分析法

 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

四氯钯酸钠化学分析法

 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**

 四氯钯酸钠，CAS登录号13820-53-6，棕色结晶粉末，不溶于冷水，溶解于热水。四氯钯酸钠是化工行业中常用的一种贵金属催化剂前驱体和化学合成原料，主要应用于化工行业中钯催化剂的制备以及医药行业中有机合成、无机化学的合成等。随着我国工业长足发展四氯钯酸钠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， 四氯钯酸钠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 四氯钯酸钠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 四氯钯酸钠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 四氯钯酸钠中钯量，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 四氯钯酸钠中钯分析方法 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2016-0265T-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、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、广州有色金属研究院、江西悦诚科技有限公司、浙江省冶金研究院有限公司、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 四氯钯酸钠化学分析方法 第1部分：钯量的测定 丁二酮肟重量法行业标准编制小组，由品控部主责，其他相关部门全力配合共同确定了 四氯钯酸钠化学分析方法 第1部分：钯量的测定 丁二酮肟重量法行业标准的原则。

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，四氯钯酸钠中钯含量的测定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。同时尚未见四氯钯酸钠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四氯钯酸钠中钯量，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 四氯钯酸钠中盐酸的加入量

 由于四氯钯酸钠需要用酸溶解，由于硝酸根会影响钯的络合沉淀，所以采用盐酸的溶解方法，加入1mL盐酸至10 mL盐酸进行条件优化，所测数据表明加入3 mL盐酸为最佳条件。

2.2.2 四氯钯酸钠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 静置时间对体系的影响

 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：**

 本标准适用于四氯钯酸钠中钯含量的测定。

**2.4 元素的测定范围：**

钯含量为：35.00%~37.00%。

**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/% | 35.51 | 35.90 | 36.36 |
| 重复性限（r）/% | 0.05 | 0.08 | 0.12 |

**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/% | 35.51 | 35.90 | 36.36 |
| 再现性限（R）/% | 0.08 | 0.12 | 0.16 |

**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，均无与四氯钯酸钠中钯量的测定 检测的相关的产品标准；本标准是首次制订，填补了国际、国内四氯钯酸钠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。