0

 YS/T XX-20xx

ICS 77.120.99

H 15

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

二氯二氨钯化学分析方法

第1部分：钯含量的测定

水合肼还原重量法

Methods for chemical analysis of Dichlorodiammine palladium(Ⅱ) —

Part 1:Determination of palladium content—

Hydrazine hydrate reduction gravimetry

(送审稿)

前 言

YS/T XXXX 《二氯二氨钯化学分析方法》分为2个部分：

——第1部分：钯含量的测定 水合肼还原重量法

——第2部分：银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬含量的测定 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。

本标准按照GB/T 1.1—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/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：徐州浩通新材料科技股份有限公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所、有色金属技术经济研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、铜陵有色金属集团公司、紫金矿业集团股份有限公司、西安凯立新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：夏军、奚红杰、巩伟龙、向磊、陈小兰、李娜、汤淑芳、罗荣根、孙洁、李小玲、侯川、张丽、致富国、陈晓宇、张娟、师世龙、史博洋、王冠群、吕茜茜。

二氯二氨钯化学分析方法

第1部分：钯含量的测定

水合肼还原重量法

1 范围

YS/T XXXX的本部分规定了二氯二氨钯中钯含量的测定方法。

本部分适用于二氯二氨钯中钯含量的测定。测定范围：45.00% ~ 51.00%。

2 方法提要

用氨水溶解二氯二氨钯，在加热条件下，用水合肼还原得钯粉，烘干至恒重，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定恒重后钯粉的杂质含量，计算钯粉纯度，以纯钯粉的重量计算二氯二氨钯中的钯含量。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

3.2 盐酸（ρ=1.17 g/mL）。

3.3 水合肼（ρ=1.03 g/mL）。

3.4 氨水（ρ=0.9 g/mL）。

3.5 混合标准溶液：铂、铑、铱、钌、铝、镁、金、银、锡、铋、锌、锰、铅、铜、镍、铬、铁混合标准溶液，此溶液1 mL含50 ug上述元素。

3.6 硅标准溶液：1 mL含100 ug硅。

3.7 氩气（质量分数≥99.99%）。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡是能达到下列指标者均可使用。

——光源：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW。

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用1 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

5 试样

试样储存于塑料袋或塑料瓶中备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取3.0 g试样，精确至0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将100 mL烧杯、表面皿置于电热干燥箱中，于105℃烘干120 min，取出置于干燥器中，冷却至室温，称重，重复以上步骤直至恒重。

6.3.2 将试料（6.1）置入已恒重的烧杯中，加入50 mL水与5 mL氨水（3.4），盖上表面皿，于电炉或电热板上低温加热，轻微摇动使其全部溶解。

6.3.3 取下稍冷，于溶液（6.3.2）中边搅拌边缓慢逐滴加入3mL水合肼（3.3），直至无气泡产生，且上层溶液澄清透亮。

6.3.4 补加2 mL水合肼（3.3），盖上表面皿，将溶液加热至微沸，保持30 min，使悬浮的钯粉凝聚于烧杯底部，取下稍冷，将上层溶液经滤纸过滤，钯粉保留于烧杯中。

6.3.5 向烧杯内加入80 mL水，加热至近沸，清洗钯粉，洗液经上述滤纸过滤，反复清洗烧杯内钯粉直至洗液呈中性。

6.3.6 用少量热水将滤纸上的钯粉反洗至烧杯中，将烧杯、表面皿及钯粉置于电热干燥箱（4.1）中，控制温度于105℃烘干180 min。

6.3.7 取出，置于干燥器中，冷却至室温，称量烧杯、表面皿及钯粉的总重量，重复以上步骤直至恒重。

6.3.8 还原钯粉纯度测定

6.3.8.1 称取两份各0.5 g恒重后的钯粉，置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入6 mL盐酸（3.2）与2 mL硝酸（3.1），盖上表面皿，低温溶解至完全。取下，冷却至室温，转入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀待测，随同试料做空白试验。

6.3.8.2 分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL混合标准溶液（3.5）于一组100 mL容量瓶内，各加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，摇匀，此标准系列溶液1 mL含铂、铑、铱、钌、铝、镁、金、银、锡、铋、锌、锰、铅、铜、镍、铬、铁依次为0 ug、0.05 ug、0.25 ug、0.50 ug、2.50 ug、5.00 ug；分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL硅标准溶液（3.6）于一组100 mL塑料容量瓶内，各加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，摇匀，此标准系列溶液1 mL含硅依次为0 ug、0.10 ug、0.50 ug、1.00 ug、5.00 ug、10.00 ug。

6.3.8.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在推荐的仪器工作条件（表1）与波长（表2）下，先用配制好的系列标准溶液（6.3.8.2）进行标准化，各杂质元素工作曲线相关系数不得小于0.999，再测定分析试液（6.3.8.1）和空白溶液（6.3.8.1）。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，输出各杂质元素质量浓度，计算钯粉纯度（钯粉纯度为100%减去各杂质元素实测总和的余量）。

表1 推荐仪器工作条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 功率/W | 雾化室气流量/（L/min） | 观测高度/mm | 泵流量/（mL/min） | 等离子体流量/（L/min） | 辅助气体流量/（L/min） | 积分时间/s | 观测方式 |
| 1300 | 0.80 | 15 | 1.50 | 15 | 0.20 | 5 | 轴向 |

表2 推荐杂质元素分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm |
| Pt | 299.979 | Al | 396.153 |
| Rh | 343.489 | Mg | 285.213 |
| Ir | 224.268，215.268 | Mn | 257.610 |
| Ag | 338.289，328.068 | Zn | 206.200 |
| Fe | 259.939 | Si | 251.611 |
| Ni | 221.648，227.021 | Au | 267.595 |
| Cu | 327.393 | Ru | 349.894 |
| Cr | 357.869 | Sn | 189.927 |
| Bi | 223.061 | Pb | 283.306，220.353 |
| 注：分析线根据仪器分辨率和共存元素干扰情况而确定。 |

7 试验数据处理

钯含量以钯的质量百分数*w*Pd计，按公式（1）计算：

 ……………………………………………(1)

式中：

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

*m1*——恒重后烧杯、表面皿的质量，单位为克（g）；

*m2*——还原后恒重烧杯、表面皿与钯粉的质量，单位为克（g）；

η ——恒重后钯粉的纯度，单位为%。

计算结果表示到小数点后二位。

8 精密度

8.1 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*）的情况下应不超过5%。重复性限（*r*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd% | 46.39 | 48.27 | 50.29 |
| *r*/% | 0.10 | 0.12 | 0.14 |

8.2 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超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下不超过5%。再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd% | 46.39 | 48.27 | 50.29 |
| *R*/% | 0.11 | 0.13 | 0.16 |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。