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

(讨论稿)

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：

本部分主要起草人：

二氯二氨钯化学分析方法

第1部分：钯量的测定

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量的测定。测定范围：49.00% ~ 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，根据所得钯粉的重量计算二氯二氨钯中的钯量。

3 试剂和材料

3.1 除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯试剂或更高纯度的试剂和分析实验室用二级水。

3.2 氨水（ρ 0.9 g/mL）。

3.3 水合肼（ρ 1.03 g/mL）。

4 仪器

4.1 电热干燥箱：室温～300℃可调，±5℃。

4.2 电子天平：感量0.0001g。

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3.0g试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两次试验，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将100mL烧杯、表面皿、玻璃棒置于电热干燥箱（4.1）中，控制温度于105℃烘干2h，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50mL水与5mL氨水（3.2），盖上表面皿，于电炉或电热板上低温加热，使其全部溶解。

6.3.3 在溶液（6.3.2）中滴两滴水合肼（3.3），缓慢搅拌后盖上表面皿，低温加热。

6.3.4 重复上述（6.3.3）操作，直至滴加水合肼后溶液无气泡产生，且上层溶液澄清透亮。

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

6.3.6 向烧杯内加入80ml水，加热至近沸，清洗钯粉，洗液过滤，反复清洗钯粉直至洗液呈中性。

6.3.7 用少量热水将滤纸上的钯粉反洗至烧杯中，将烧杯、表面皿、玻璃棒及钯粉置于电热干燥箱（4.1）中，控制温度于105℃烘干3h。

6.3.8取出，置于干燥器中，冷却至室温，称量烧杯、表面皿、玻璃棒及钯粉的总重量，重复以上步骤直至恒重。

7 分析结果的计算

钯量以钯的质量分数*w*Pd计，按公式（1）计算：

 ……………………………………………(1)

式中：

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*m1*——恒重烧杯、表面皿、玻璃棒的质量，单位为克（g）；

*m2*——还原后恒重烧杯、表面皿、玻璃棒与钯粉的质量，单位为克（g）。

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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd% | 49.50 | 50.29 | 51.00 |
| *r*/% | 0.08 | 0.10 | 0.15 |

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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd% | 49.50 | 50.29 | 51.00 |
| *R*/% | 0.10 | 0.13 | 0.18 |

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。