YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

硝酸铑

Rhodium() nitrate

**（预审稿）**

YS/T 596—××××

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.120.99

H 68

1. 前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则修订。

本标准与YS/T 596-2006相比，主要有如下变动：

┈扩展了硝酸铑化合物的使用范围；

┈增加化学成分中[H+]/[Rh]（氢离子比铑）值的要求及测定方法；

┈增加化学成分中Cl-含量要求及测定方法；

┈修改硝酸铑化合物中杂质含量测定方法；

┈修改硝酸铑化合物铑及杂质量表示方式；

┈修改硝酸铑含量为5%-15%。

本标准由贵研铂业股份有限公司运营保障部负责归口。

本标准修订单位：贵研铂业股份有限公司。

本标准主要修订人：刘桂华、金娅秋、沈善问、左川、侯文明、谭文进、杨军、凡兴强、魏建伟、王火印。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

┈YS/T 596-2006

硝酸铑

**1 范围**

本标准规定了硝酸铑的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书与订货单（或合同）内容。

本标准适用于均相催化剂和汽车尾气催化转换器负载铑涂层用硝酸铑溶液。

**2 规范性引用文件**

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 619 化学试剂采样及验收规则。

YS/T 561 贵金属合金元素分析方法 铂铑合金中铑量的测定 硝酸六氨合钴重量法。

**3 要求**

3.1硝酸铑分子式：Rh（NO3)3。

3.2化学成分

 硝酸铑的化学成分应符合表1的规定。

 表1硝酸铑溶液的化学成分

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 铑质量分数 /%  |  | 杂质元素，不大于 /% |
| Pb | Cu | Fe | As | Na | Cl |
| 5～15 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.05 | 0.05 |

3.3硝酸铑溶液中的[H+]/[Rh]的值在0.8～5.0。

3.4溶解实验

硝酸铑溶液，用1 %的硝酸溶液稀释后，目视无可见不溶物。

3.5外观

硝酸铑溶液应为褐色液体。

4 **实验方法**

4.1 硝酸铑溶液中铑含量的测定

称取一定量的溶液（精确到0.0001 g），加入盐酸赶硝3次，每次用盐酸10 mL，转化为氯配合物，配成待测溶液，按YS/T 561的规定测定铑含量。

4.2 杂质元素含量的测定

硝酸铑溶液的杂质元素铜、铅、铁的测定按附录A的规定进行，杂质元素钠的测定按附录B的规定进行，杂质元素砷离子的测定按附录C的规定进行，杂质元素氯离子的测定按附录D的规定进行。

4.3 [H+]/[Rh]

 [H+]/[Rh]附录E的规定进行计算。

4.4 溶解实验

用1%的硝酸溶液稀释至铑质量分数为0.5 ％～1.0 ％时，溶液无目视可见不溶物。

4.4外观

硝酸铑溶液的外观采用目视进行检查。

1. 检验规则

5.1检查和验收

5.1.1产品应由供方技术监督部门进行验收，保证产品质量符合本标准（或合同）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2需方应对收到的产品按本标准的规定进行复验。复验结果与本标准（或合同）的规定不符时，应在收到产品之日起15天内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方共同进行。

* 1. 组批

硝酸铑应成批提交验收，同一批铑原料一次投料生产出的硝酸铑为一个批号。

5.3 检验项目

每批产品出厂前应进行铑质量分数、杂质元素质量分数、[H+]/[Rh、溶解性及外观的检验。

5.4 取样

硝酸铑取样按GB/T 619的规定进行。

* 1. 检验结果的判定

每批产品任一检验项目的检验结果不合格时，则判该批产品不合格。

1. 标志、包装、运输、贮存、质量证明书

6.1 标志

6.1.1 产品标志

在检验合格的产品上应有如下标志：

a）供方名称；

b）产品名称；

c) 技术要求

d）铑含量；

e）净重；

f) 生产批次；

g）出厂日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 产品装入聚丙稀或聚乙烯塑料瓶中，严密封口。整齐放入木箱或纸箱内，用泡沫塑料等软物填料添固，不得有松动现象。

6.2.2. 产品可以用铁路、公路、水运等方式运输。

6.2.3 产品应放置于清洁、阴凉、避光场所。

6.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，注明：

a）供方名称、地址、电话、传真；

b）产品名称；

c）批次；

d）数量；

e）各项分析检验结果和技术监督部门印记；

f）本标准编号；

1. 出厂日期。
	1. 7 订货单（或合同）内容

本标准所列材料的订货单（或合同）内应包括下列内容：

a）产品名称；

b）规格；

c）数量；

d）本标准编号；

e）其他。

**附录A**

**（规范性附录）**

**硝酸铑化合物化学分析方法**

**铜、铅、铁量的测定**

**火焰原子吸收光谱法**

**A.1 范围**

本附录规定了硝酸铑化合物中铜、铅、铁量的测定方法。

本附录适用于硝酸铑化合物中铜、铅、铁量的测定。测定范围：0.005 %～0.05 %。

**A.2 方法原理**

试液在硝酸介质中，于原子吸收光谱仪按表A.1所列波长处，以空气-乙炔火焰法测量各元素的吸光度，按标准曲线法计算各元素的量。

表A.1 元素波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Pb | Fe |
| 波长，nm | 324.7 | 283.3 | 248.3 |

**A.3 试剂**

除非另有说明，在分析中均使用二次蒸馏水。

A.3.1 硝酸（ρ1.42 g/mL），优级纯。

A.3.2 盐酸（ρ1.19 g/mL）, 优级纯。

A.3.3 硝酸（1+1）。

A.3.4 铜标准贮存溶液：称取0.25 g金属铜(铜的质量分数不小于99.99 %)，精确至0.0001 g，置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（A.3.3），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，转入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铜。

A.3.5 铅标准贮存溶液：称取0.25 g金属铅(铅的质量分数不小于99.99 %)，精确至0.0001 g，置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（A.3.3），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，转入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铅。

A.3.6 铁标准贮存溶液：称取0.25 g金属铁(铁的质量分数不小于99.99 %)，精确至0.0001 g，置于250 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（A.3.2），加入3 mL硝酸（A.3.1），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，转入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铁。

A.3.7 铜、铅、铁混合标准溶液：分别移取10.00 mL铜、铅、铁标准贮存溶液于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 µg铜、铅、铁。

**A.4 仪器**

原子吸收光谱仪，备有铜、铅和铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用。

灵敏度：在与测量试液的基体相一致的溶液中，铜、铅和铁的特征浓度应分别不大于0.045 µg/mL，0.50 µg/mL和0.15 µg/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零” 标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5 %。

校准曲线线性：将校准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于最低浓度标准溶液与“零”标准溶液吸光度差值的0.7倍。

**A.5 试样**

A.5.1 试样为均匀性溶液。

**A.6 分析步骤**

A.6.1 试液

称取2.0 g试样，精确至0.0001 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

A.6.2 空白试验

随同试料做空白试验

A.6.3 测定

A.6.3.1 将试液置于50 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（A.3.1），以水稀释至刻度，混匀。按（A.6.3.4）条测定铜、铅、铁量。

A.6.3.1 试液（A.6.3.1）中铜、铅、铁含量大于4μg/mL时，则需移取10mL试液，于50 mL容量瓶中，加入2.5 mL硝酸（A.3.1），以水稀释至刻度，混匀。按（A.6.3.4）条测定铜、铅、铁量。

A.6.3.4 使用空气-乙炔火焰，用铜、铅、铁空心阴极灯，于原子吸收分光光度仪波长324.7、283.3及248.3 nm处，以水调零，用校准曲线法测定铜、铅、铁的含量

A.6.4 校准曲线的绘制

A.6.4.1 移取0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL铜、铅、铁混合标准溶液，分别置于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。

A.6.4.2 在与试液溶液测定相同的条件下，测量标准溶液的吸光度。以吸光度（减去“零”浓度溶液的吸光度）为纵坐标，以被测元素浓度为横坐标，分别绘制铜、铅、铁的校准曲线。

**A.7 分析结果的表述**

按式（A.1）计算被测元素的质量分数w，数值以%表示：

 …………………………………（A.1）

式中：*c*──自校准曲线上查得的被测元素浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）。

*V0*──试液的总体积，单位为毫升（mL）。

*V1*──分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

*V2*──分取试液稀释后的体积，单位为毫升（mL）。

*m0*──试样的重量，单位为克（g）。

所得结果应表示至小数点后第三位，若质量分数小于0.010 %时，表示至小数点后第四位。

**A.8允许差**

实验室间分析结果的差值应不大于表A.2所列允许差。

表2 允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/ %  | 允许差/ % |
| CuPbFe | ＞0.0050～0.010 | 0.001 |
| ≥0.010～0.050 | 0.005 |

**附录B**

**（规范性附录）**

**硝酸铑化合物化学分析方法**

**钠量的测定**

**火焰原子吸收光谱法**

**B.1 范围**

本附录规定了硝酸铑化合物中钠量的测定方法。

本附录适用于硝酸铑化合物中钠量的测定。测定范围：钠0.010 %~0.10 %。

**B.2 方法提要**

试样用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0 nm处测量吸光度，以校准曲线法计算钠的量。

**B.3 试剂**

除非另有说明，在分析中均使用二次蒸馏水。

B.3.1 盐酸（ρ1.19 g/mL），优级纯。

B.3.2 钠标准贮存溶液：称取0.2542 g氯化钠（优级纯）于100 mL烧杯中，加入10 mL水，低温加热溶解，加入2.5mL盐酸（ρ1.19 g/mL），冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.0mg钠。

B.3.3 钠标准溶液：移取10.00 mL钠标准贮存溶液于100 mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸（ρ1.19 g/mL），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含100.0 μg钠。

B.3.4 钠标准稀释溶液：移取10.00 mL钠标准溶液（B.3.3）于100mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含10.0 μg钠。

**B.4仪器**

原子吸收光谱仪，钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征质量浓度：在测量试液溶液的基体相一致的溶液中，钠的特征质量浓度应不大于0.022 μg/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5 %。

校准曲线线性：将校准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

**B.5 试样**

B.5.1 试样为均匀性溶液。

**B.6分析步骤**

B.6.1 试 液

称取0.15 g试样，精确至0.0001 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

B.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B.6.3 测定

B.6.3.1 称取试液（B.6.1）置于100 mL塑料容量瓶中，加入5 mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。

B.6.3.2使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0 nm处，以水调零，用校准曲线法测定钠量。

B.6.4 校准曲线的绘制

B.6.4.1移取0 mL、0.50 mL、1.0 0 mL、2. 00 mL、4.00 mL、6. 00 mL、8.00 mL钠标准稀释溶液（B.3.4），分别置于7个50 mL容量瓶中，加入2.5mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。

B.6.4.2 在与试液溶液测定相同的条件下，测量标准溶液的吸光度。以吸光度（减去“零”浓度溶液的吸光度）为纵坐标，以被测元素浓度为横坐标，分别绘制钠的校准曲线。

**B.7分析结果的计算**

按式（B.1）计算钠的质量分数，数值以%表示：：

 …………………………………（B.1）

式中：*c*──自校准曲线上查得的钠元素浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）。

*V1*──试液的总体积，单位为毫升（mL）。

*m0*──试样的重量，单位为克（g）。

所得结果应表示至小数点后第三位。

**B.7 允许差**

实验室之间分析结果的差值不应大于标B.1所列允许差。

表B.1 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 钠的质量浓度/ % | 允许差/ % |
| ＞0.010~0.05 | 0.005 |
| ≥0.05~0. 10 | 0.01 |

**附录C**

**（规范性附录）**

**硝酸铑化合物化学分析方法**

**砷量的测定**

**原子荧光光谱法**

**C.1范围**

本附录规定了化合物硝酸铑中砷量的测定方法。

本附录适用于化合物硝酸铑中砷量的测定。测定范围：砷质量浓度 0.005 %~0.05 %。

**C.2 方法提要**

试样用硫脲还原五价砷至三价，采用原子荧光光谱仪，用1.5 %KBH4溶于0.5 %KOH作为还原剂，5%盐酸为载液，用校准曲线法测定砷含量。

**C.3 试剂**

除非另有说明，在分析中均使用二次蒸馏水。

C.3.1 盐酸（ρ1.19 g/mL），优级纯。

C.3.2 硫酸（ρ1.84 g/mL），优级纯。

C.3.3 硫酸（1+9）。

C.3.4 硫脲溶液（100 g/L）。

C.3.5 氢氧化钾溶液（5 g/L）。

C.3.6 硼氢化钾还原液（15 g/L）：称取15 g硼氢化钾（优级纯）溶于1 L氢氧化钾溶液中，摇匀。

C.3.7 砷标准贮存溶液：称取0.1320 g于100 ℃干燥2h以上的As2O3，加入10mL氢氧化钾溶液10mL溶解，将溶液移取1L容量瓶中，加入25 mL硫酸溶液（C.3.3），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含0.10 mg砷。

C.3.8 砷标准溶液：移取3.00 mL砷标准贮存溶液于100 mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含3.00 μg砷。

C.3.9 砷标准稀释溶液：移取10.00 mL砷标准溶液（C.3.8）于100 mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸，10 mL硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1L含300.0μg砷。

**C.4仪器**

原子荧光光谱仪，砷空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——检出限：不大于1 ng/mL。

——精密度：用10 ng/mL的砷标准溶液测量荧光强度10次，其标准偏差应不超过平均

荧光强度的5.0 %。

**C.5试样**

C.5.1试样为均匀性溶液。

**C.6分析步骤**

C.6.1 试液

称取0.5 g试样，精确至0.001 g。

独立地进行二次测定，取其平均值。

C.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

C.6.3 测定

C.6.3.1 将试液（C.6.1）置于100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

C.6.3.2准确移取（C.6.3.1）1.00 mL于100mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸，10 mL硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置1 h以上。

C.6.3.3使用原子荧光光谱仪，将试样（C.6.3.1）与系列标准溶液同时测定荧光强度，减去空白试验（C.6.2），测量砷试液的荧光强度。从校准曲线上查得相应的被测元素的浓度。

C.6.4 校准曲线的绘制

C.6.4.1移取0 mL、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00mL砷标准稀释溶液（C.3.9），分别置于7个100 mL容量瓶中，加入5mL盐酸，10 mL硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀。

C.6.4.2 在与试液溶液测定相同的条件下，测量标准溶液的荧光强度。以荧光强度（减去“零”浓度溶液的荧光强度）为纵坐标，以被测元素浓度为横坐标，绘制砷的校准曲线。

**C.6分析结果的计算**

按式（C.1）计算砷的质量分数w，数值以%表示：

 …………………………………（C.1）

式中：*c*──自校准曲线上查得的被测元素浓度，单位为微克每毫升（μg/L）。

*V0*──试液的总体积，单位为毫升（mL）。

*V1*──分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

*V2*──分取试液稀释后的体积，单位为毫升（mL）。

*m0*──试样的重量，单位为克（g）。

所得结果应表示至小数点后第三位，若质量分数小于0.010 %时，表示至小数点后第四位。

**C.7允许差**

实验室之间分析结果的差值不应大于标C.1所列允许差。

表C.1允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 砷的质量浓度/ % | 允许差/ % |
| ＞0.0050～0.01 | 0.001 |
| ≥0.01～0.050 | 0.005 |

**附 录D**

**（规范性附录）**

**硝酸铑化合物化学分析方法**

**氯离子量的测定**

**目视比色法**

**D.1 试剂**

**D.1.1** 氯离子标准溶液：0.1 mg/mL。用氯化钠基准试剂配制。

**D.1.2**硝酸银溶液的制备：称取10 g硝酸银（优级纯,无氯）置于100 mL烧杯中，加50 mL水，加5 mL硝酸（优级纯），溶解完全后，移入100 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。用时现配。

**D.2 试验方法**

**D.2.1**移取20mL硝酸银溶液于25 mL比色管中加1 mL硝酸（优级纯），称取一定量的硝酸铑溶液，稀释至25 mL，摇匀，在暗处放置5～10 min。所呈浊度不得大于标准。

**D.2.2**标准是移取0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL 氯离子标准溶液分别于已移取有20 mL硝酸银溶液的25 mL比色管中，加1 mL硝酸（优级纯），稀释至刻度，摇匀，与同体积样品溶液同时处理。

**D.3 结果**

 根据上述浊度的比较确定所测溶液中氯离子大致含量区间，再根据硝酸铑溶液的重量和稀释倍数计算出样品硝酸铑溶液中氯离子的大致含量区间。

**附 录E**

**（规范性附录）**

 **硝酸铑化合物化学分析方法**

**氢离子浓度测定**

**pH计测量法**

**E.1方法提要**

利用精密pH计测量溶液的pH值，通过相关公式换算，得到溶液中的氢离子浓度。

**E.2 试剂**

**E.2.1** 邻苯二甲酸氢钾(KHC8H4O4)标准缓冲液(pH=4.008)；

**E.2.2** 磷酸二氢钠(NaH2PO4)+ 磷酸二氢钾(KH2PO4)标准缓冲液(pH=6.865)

**E.3 仪器**

**E.3.1** PHS-3C精密pH计；

**D.3.2** E-201-C型pH复合电极。

**E.4 分析步骤**

**E.4.1** **精准pH计的校准**

根据缓冲溶液配制说明，配制邻苯二甲酸氢钾(KHC8H4O4)标准缓冲液(PH=4.008)和

磷酸二氢钠(NaH2PO4)+ 磷酸二氢钾(KH2PO4)标准缓冲液(PH=6.865)。

将复合电极与精密pH计正确连接，取下电极保护套，先用蒸馏水清洗电极，并用滤纸将附在电极上的水分吸干；接通电源，调节温度旋钮，与测量环境室温相同；将电极浸入pH为6.86（25℃下）的混合磷酸盐标准缓冲液中，并轻轻摇动，调节“定位”按钮，直至显示值与标准缓冲液在该环境温度下的pH值相符；用蒸馏水清洗电极，并用滤纸将附在电极上的水分吸干，将电极浸入pH为4.01（25℃下）的邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液中，调节“斜率”按钮，直至显示值与标准缓冲液在该环境温度下的pH值相符；调节可重复多次进行，pH计总是显示为正确值。调节好后待用。

**E.4.2 测量**

准确移取0.90 mL化合物硝酸铑试样于25mL容量瓶中，并用二次水稀释至刻度，摇匀。取20 mL上述试液于25 mL烧杯中，用调节好的pH计测量此试液的pH值。

**E.5 分析结果的表述**

 按式（1）计算氢离子的浓度，数值以mol/L表示：

…………………（1）

式中：pH——稀释试液中的pH。

——硝酸铑溶液的稀释倍数，单位为毫升（mL）。

 ——移取的硝酸铑试样的体积数，单位为毫升（mL）。

**E.6 [H+]/[Rh]结果的表述**

按式（2）计算[H+]/[Rh]的值：

…………………（2）

式中：[H+]——硝酸铑溶液中[H+]浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

——移取的硝酸铑试样的体积数，单位为毫升(mL)。

 *m*——移取的硝酸铑试样的质量，单位为克(g)。

  *w*——硝酸铑溶液的铑含量，单位为百分号(%)。