中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

醋酸铑

 rhodium acetate dimer or

 rhodium acetate trimer

**（预审稿）**

**YS/T** xxxx-201x

i

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS** 77.150.99

**H** 68

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出和归口。

本标准的附录A、B是规范性附录。

本标准起草单位：贵研铂业股份有限公司、昆明贵金属研究所……

本标准主要起草人：沈善问、姜婧、张扬、叶青松、朱武勋、……、

醋酸铑

**1 范围**

本标准规定了醋酸铑的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、存贮、质量证明书和订货单（或合同）内容。

本标准适用于化工行业用的醋酸铑。

**2 规范性引用文件**

下列文件对于本文件是必不可少的。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 33913.1 铑化合物化学分析方法 第1部分：铑量的测定 硝酸六氨合钴重量法

GB/T 33913.2 三苯基膦氯化铑化学分析方法 第2部分：铅、铁、铜、钯、铂、铝、镍、镁、锌量测定电感耦合等离子体发射光谱法

**3 技术要求**

3.1 分类

 醋酸铑由于铑化学价态的不同，与醋酸的配位数不同，因此分为二价醋酸铑和三价醋酸铑。

3.1 化学式

分子式：[Rh2(CH3COO)4] 或[Rh3(OAc)6-µ3-O(H2O)3]OAc。

3.2 结构式





3.3 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。

 表1 化学成分 /%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 醋酸铑质量分数 (不小于) | 铑质量分数，不小于 | 杂质元素(质量分数)，不大于 |
| Al | Mg | Zn | Cu | Fe |
| 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 |
| Ni | Pb | Pd | Pt | Ir |
| 95 | [Rh2(CH3COO)4] | 45.0 – 47.0 % | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| [Rh3(OAc)6-µ3-O(H2O)3]OAc | 40-43.3% |

3.4 溶解试验

产品的氯仿不溶物含量小于0.5%。

3.5 外观质量

[Rh2(CH3COO)4]产品为绿色粉末；[Rh3(OAc)6-µ3-O(H2O)3]OAc产品为棕红色粉末。

**4 试验方法**

4.1 化学成分

4.1.1醋酸铑质量分数的测定

 醋酸铑质量分数的测定按附录A的的规定进行。

4.1.2金属铑质量分数的测定

 金属铑质量分数的测定按GB/T 33913.1的规定进行。

4.1.3杂质元素质量分数的测定

杂质元素的测定按GB/T 33913.2的规定进行。

4.2 溶解试验

溶解实验按照附录B的规定进行测定。

4.3外观质量

采用目视检查。

**5 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，产品质量应符合本标准及合同（或订货单）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检验。检验结果与本标准及合同（或订货单）的规定不符时，应在收到产品之日起7日内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方在需方共同进行。

5.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由一次投料生产的产品组成。

5.3 检验项目

每批产品出厂前应进行化学成分、溶解试验、外观质量的检验。

5.4 取样

5.4.1 产品化学成分、溶解试验的取样：同一批产品混合均匀，从不同部位取产品总量的1%~5%，最少不小于10g，用四分法缩分至检验所需数量。

5.4.2 产品外观质量逐瓶检验。

5.5 检验结果的判定

产品检验项目化学成分、溶解实验项目中任意一项的检验结果不合格时，则判该批产品不合格。外观质量检查不合格，则判该瓶产品不合格。

**6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书**

6.1 包装标志

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)　生产批次；

d)　数量；

e) 生产日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1产品应装入聚丙烯或聚乙烯塑料瓶中，密封。整齐放入木箱或纸箱内，用纸屑、泡沫塑料等进行填充，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产品应放于阴凉、干燥处，严防受潮。

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)　分析检验结果和技术监督部门印记；

 f)　本标准编号；

g)　出厂日期。

**7 合同（或订货单）内容**

 本标准所列材料的合同（或订货单）内应包括下列内容：

 a)　产品名称；

 b)　数量；

 c)　本标准编号；

 d) 其他。

附录A

(规范性附录)

醋酸铑化合物分析方法

醋酸铑含量的测定

高效液相色谱法

A.1 测定范围

本部分规定了醋酸铑含量的测定方法。

本部分适用于醋酸铑的含量测定，测定范围：92%~99%。

A.2 方法提要

试料用流动相充分溶解后，利用高效液相色谱仪测定试料的质量分数。

A.3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确定为色谱纯的试剂和一级水。

A.3.1流动相（甲醇:水=80：20（V/V））。

A.3.2固定相为C18柱（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）。

A.3.3醋酸铑标准贮存溶液：称取0.1000g醋酸铑粉末（质量分数≥99%）置于100mL的烧杯中，加入流动相（A.3.1），溶解完全后用流动相（A.3.1）移入50mL 的容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液1mL 含有2.000mg 的醋酸铑。用时现配。

A.3.4醋酸铑标准溶液：取5个10mL 的容量瓶，分别移取相应量的醋酸铑标准贮存溶液（A.3.3），用流动相（A.3.1）稀释定容，混匀。得到醋酸铑含量分别为0.80、0.90、1.00、1.10、1.20 mg/mL 的标准溶液。

A.4 仪器与设备

A.4.1高效液相色谱仪（HPLC）；

仪器参数设定（参考）及分析条件：固定相为C18柱（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）；流动相为甲醇:水=80：20（V/V体积比））、检测波长为254nm、柱温为30℃、进样量为10µL、流速为1mL/min。

A.4.2天平：感量0.01mg。

A.5 试样

试样装入带有内、外盖的聚乙烯或聚丙烯塑料瓶中，严密封口避光，储于干燥、洁净的容器内备用。

A.6 分析步骤

A.6.1 试料量

精确称取0.025g试样（精确到0.0001g）。

A.6.2 独立的进行两次测定，取其平均值。

A.6.3 空白实验

随同试料做空白试验。

A.6.4 测定

A.6.4.1将试料（A.6.1）置于100mL烧杯中，加入10mL流动相（A.3.1）,震荡至试样溶解清亮，转入25mL容量瓶中，用流动相(A.3.1)稀释至刻度，混匀。

A.6.4.2 工作曲线绘制

在选定的仪器条件下，进样醋酸铑工作标准溶液（A.3.4），按编好的程序顺序进行测定。以醋酸铑浓度为横坐标，峰面积值为纵坐标，由仪器自动绘制工作曲线。工作曲线相关系数（r）≥0.999。

A.6.4.3试液的测定

进样试料溶液（A.6.4.1），用与绘制工作曲线相同的条件及程序进行测定。从工作曲线上计算出相应的醋酸铑的质量浓度。

A.7 分析结果的计算

按照下式计算被测物的质量分数$ω$，数值以%表示：

$$ω\left（\%\right）=\frac{C1×V}{m}×w\%$$

式中：

C1—— 试液中被测醋酸铑的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V —— 试液总体积，单位为毫升(mL) ；

m —— 试料的质量，单位为克(g) ；

w%—— 对照品的质量百分数 。

分析结果保留小数点后两位有效数字。

A.8 精密度

A.8.1 重复性

在相同条件下，由同一个分析人员测定所得结果的精密度。在规定的范围内，至少能够9次测定结果评价，测得的峰面积相对标准偏差（RSD值） ≤ 2%。

A.8.2精密度

在同一实验室，由不同实验人员用不同设备测定的结果的精密度。至少测3次结果，测得的峰面积相对标准偏差（RSD值）≤ 2%。

A.9 试验报告

——试样名称；

——使用的分析条件；

——所得谱图及数据；

——试验日期。

附录B

(规范性附录)

醋酸铑化合物分析方法

氯仿不溶物含量的测定

重量法

B.1 测定范围

本附录规定了醋酸铑化合物中氯仿不溶物含量的测定方法。

本附录适用于醋酸铑化合物中氯仿不溶物含量的测定。测定范围： 0.10%~2.0%。

B.2 方法提要

 试料经氯仿回流溶解后，过滤，重量法测定氯仿不溶物的含量。

B.3 试剂

 除非另有说明，在分析中均使用分析纯的试剂。

B.3.1氯仿

B.4 设备

 天平：感量0.01mg。

B.5 分析步骤

B.5.1试料

 称取5.0g试样，精确到0.0001g。

B.5.2测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

B.5.3空白试验

 随同试料做空白试验

B.5.4测定

 将试样置于500mL圆底烧瓶中，加入400mL氯仿（B.3.1）溶液，60℃回流15min。趁

热，用已恒重的G4玻璃砂芯坩埚抽滤，用约40℃的氯仿（B.3.1）将烧瓶中的沉淀完全洗

入玻璃砂芯坩埚中，并洗涤沉淀5次。将G4玻璃砂芯坩埚置于烘箱中于60℃干燥1h，称

重，直至恒重。

B.6分析结果的计算

 按下式计算氯仿不溶物的质量分数$ω$*，*数值以%表示：

$$ω\left(\%\right)=\frac{m\_{2}-m\_{1}-m\_{0}}{m}×100\cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \left(C.1\right)$$

式中：

 $m\_{0}$*——*空白值，单位为克（g）。

 $m\_{1}$*——*坩埚的质量，单位为克（g）。

 $m\_{2}$*——*氯仿不溶物和坩埚的质量，单位为克（g）。

$m$*——*试料的质量，单位为克（g）。

 分析结果保留至小数点后两位有效数字。

B.7 相对允许差

 实验室之间分析结果的相对允许差不应大于10％。