CCS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

醋酸铱

Iridium acetate trimer

**（讨论稿）**

**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

**CCS H** 68

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1 部分： 标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的有些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件的附录A、B是规范性附录。

本文件起草单位：贵研铂业股份有限公司、昆明贵金属研究所、本文件主要起草人：、

醋酸铱

**1 范围**

本文件规定了醋酸铱的分类和标记、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于化工行业用的醋酸铱。

**2 规范性引用文件**

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 34499.1 铱化合物化学分析方法 第1部分：铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法。

GB/T 3449.2铱化合物化学分析方法 第2部分：钯、铑、铂、钌、金、银、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

**3 术语和定义**

 本文件没有需要界定的术语和定义。

**4 分类和标记**

4.1产品分类

 三价醋酸铱（三核醋酸铱

 醋酸铱根据产品应用及发货的需求，可以分为固体醋酸铱和醋酸铱溶液。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | 状态 | 规格 |  |
| [Ir3(O)(OAc)6(H2O)3]OAc | 固体 | Ir含量 | 溶剂 |  |
| [Ir3(O)(OAc)6(H2O)3]OAc⸺IrXX% | 溶液 | 20% | 水 |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

4.2 产品标记

名称：醋酸铱 三价醋酸铱（三核醋酸铱）

分子式： [Ir3(O)(OAc)6(H2O)3]OAc

结构式

三价醋酸铱（三核醋酸铱）



**5 技术要求**

5.1 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 %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 醋酸铱质量分数 (不小于) | 铱质量分数 | 杂质元素(质量分数)，不大于 |
| 95 |  | Al | Mg | Zn | Cu | Fe |
| 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 |
| Ni | Pb | Pd | Pt | Rh |
| 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.01 |

5.2 溶解试验

产品的氯仿不溶物含量小于0.5%。

5.3 外观质量

三价醋酸铱（三核醋酸铱） [Ir3(OAc)6-µ3-O(H2O)3]OAc产品为墨绿色粉末。

**6 试验方法**

6.1 化学成分

6.1.1醋酸铱质量分数的测定

三价醋酸铱（三核醋酸铱） [Ir3(OAc)6-µ3-O(H2O)3]OAc质量分数的测定按附录A的的规定进行。

6.1.2金属铱质量分数的测定

 金属铱质量分数的测定按GB/T34499.1─2017的规定进行。

6.1.3杂质元素质量分数的测定

杂质元素的测定按GB/T34499.2─2017的规定进行。

6.2 溶解试验

溶解实验按照附录B的规定进行测定。

6.3外观质量

采用目视检查。

**7 检验规则**

7.1 检查和验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起3日内提出；属于化学成分和溶解性能的异议，应在收到产品之日起15日内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 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。

7.3 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。

7.4 取样

7.4.1 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。

7.4.2 产品外观质量逐瓶检验。

7.5 检验结果的判定

**7．5.1** 检验结果的数值修约和判定按GB/T 8170的规定进行。

**7．5.2**产品检验项目化学成分、溶解试验中任意一项的检验结果不合格时，则判该批产品不合格，外观质量检验不合格，则判该瓶产品不合格。

**8 标志、包装、运输、贮存及质量证明书**

8.1 标志

8.1.1 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)　生产批次；

d)　数量；

e) 生产日期。

8.1.2包装标志

 产品的包装箱标志应符合GB/T XXXXX的规定。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1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。

8.2.2 产品可以用铁路、公路、水运等方式运输。

8.2.3产品应放于阴凉、干燥处，严防受潮。

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期，还宜包括：

1. 产品合格证，内容如下：

检验项目及其结果或检验结论；

批量或批号；

检验日期；

检验员签名或盖章。

**9 订货单内容**

 需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

1. 产品名称；
2. 规格
3. 批号；
4. 净重（或件数）

 c)　本文件编号；

 d) 其他。

**附录A**

**（规范性附录）**

**醋酸铱化学分析方法**

**醋酸铱含量的测定 高效液相色谱法**

1. 范围

本部分规定了醋酸铱的测定方法。

本部分适用于价醋酸铱含量的测定，测定范围：90~99%

2. 方法原理

试料用一级水充分溶解后，利用高效液相色谱仪测定试料的质量分数。

1. 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

* 1. 取二次蒸馏水配制溶剂。
	2. 固定相为C18柱（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）。
	3. 检测波长为220nm；柱温为25℃；进样量为10µL；流速为1mL/min。
	4. 醋酸铱对照液：称取0.25g(精确至0.0001g)醋酸铱粉末（质量分数≥99%，）置于25mL的烧杯中，加入二次水（3.1），溶解完全后移入25mL 的容量瓶中并用二次水（3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液中1mL 含有10.0mg 的醋酸铱。用时现配。
	5. 醋酸铱工作溶液：分别移取相应量的醋酸铱标准液（3.4），用流动相（3.1）稀释定容，混匀。得到醋酸铱含量分别为0.10、0.20、0.50、1.00、2.00 mg/mL 的标准工作曲线溶液。
1. 仪器与设备
	1. 高效液相色谱仪（HPLC）；
	2. 天平：感量0.01mg。

5. 试样

试样装入带有内、外盖得聚乙烯或聚丙烯塑料瓶中，严密封口避光，保持干燥。

6. 分析步骤

6.1 试料溶液的配置

精确称取称试料（5）0.25g(精确至0.0001g),用流动相（3.1）溶解完全后移至250mL的容量瓶中，并用流动相（3.1）稀释至刻度线，混匀。用时现配。

6.2 独立的进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白实验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 工作曲线绘制

在选定的仪器条件下，进样醋酸铱工作标准溶液（3.5），按编好的程序顺序进行测定。以醋酸铱浓度为横坐标，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）≥0.9999。

6.4.2 试液的测定

进样试料溶液（6.1），用与绘制工作曲线相同的条件及程序进行测定。计算并打印检测结果。

7. 分析结果的标书

按照下式计算被测物的质量分数$ω$，数值以%表示：

$$ω（\%）=\frac{A样品×C对照}{A对照×C样品理论值}$$

式中：

A样品——测得样品的峰面积值；

A对照——测得对照品的峰面积值；

C对照——测得对照品的真实浓度值；

C样品理论值——测得样品浓度的理论值。

分析结果保留小数点后两位有效数字。

8. 精密度

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%。

8.2 中间精密度

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

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A1**

**（资料性附录）**

**仪器工作参数**

仪器参数设定（参考）

分析条件：固定相为C18柱（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）；流动相为乙腈:水=20:80（V/V体积比）、检测波长为220nm、柱温为25℃、进样量为10µL、流速为1mL/min。

附录B

(规范性附录)

醋酸铱化合物分析方法

氯仿不溶物含量的测定，重量法

B.1 范围

本附录规定了醋酸铱化合物中氯仿不溶物含量的测定方法。

本附录适用于醋酸铱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％。