

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 594—202×

代替YS/T594—2016

硝酸铑

Rhodium(III) nitrate

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《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。

本文件代替 YS/T 594-2016《硝酸铯》，与 YS/T 594-2016 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了产品标记中产品名称、标准编号、化学式项（见 4.1）；
- b) 更改了硝酸铯溶液钠含量，由原来的 0.03%降低到 0.02%（见 5.1 中表 1）；
- c) 更改了铯质量分数的检测方法，由 YS/T 561《硝酸六氨合钴重量法》更改为按 GB/T 34609.1《硝酸六氨合钴重量法》的规定进行（见 6.1.1）；
- d) 更改了杂质元素质量分数的检测方法。由 YS/ 363《纯铯中杂质元素的发射光谱分析》更改为 GB/T 34609.2《铯化合物化学分析方法 第2部分 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》（见 6.1.2）。
- e) 更改了氯离子检测方法，由《硝酸银滴定法》更改为 YS/T 1380-2020《铯化合物化学分析方法 氯离子、硝酸根离子含量的测定离子色谱法》的规定进行（见 6.3）；
- f) 更改了硝酸铯溶液[H⁺]检测方法（见 6.4）；
- g) 增加了“需方对外观质量有异议的，应在收到产品之日起 3 日内提出”（见 7.1.2）；
- h) 增加了标准 GB/T 6680 液体化工产品采样通则的引用（见 7.4.1）；
- i) 增加了标准 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定的引用（见 7.5.1）。

请注意本文件的某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。

本文件起草单位：贵研化学材料（云南）有限公司、云南贵金属实验室有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、贵研资源（易门）有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、陕西瑞科新材料股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、山东有研国晶辉新材料有限公司、成都光明派特贵金属有限公司、云南省贵金属新材料控股集团有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXXX

本文件及其所代替的文件的历次版本发布情况为：

——2006年首次发布为：2016年第二次修订；

——本次为第三次修订。

硝酸铑

1 范围

本标准规定了硝酸铑溶液的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、质量证明书和订货单（或合同）内容。

本标准适用于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

下列文件中的内容通过文件中的规范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。

GB190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 34609.1 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 34609.2 铑化合物化学分析方法 第2部分 杂质元素的测定 电感耦合等离子发射光谱法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 1380-2020 铑化合物化学分析方法氯离子、硝酸根离子含量的测定离子色谱法

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 产品标记

产品名称：硝酸铑溶液

标准编号：YS/T 594

化学式：YS/T 594-Rh (NO₃)₃

5 技术要求

5.1 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
5~15	0.001	0.001	0.001	0.001	0.02

5.2 硝酸铑溶液中氯离子含量 < 0.05%

5.3 硝酸铑溶液中 [H⁺]/[Rh³⁺] 的摩尔比值 0.8-5.0

5.4 稀释试验

无目视可见不溶物。

5.5 外观

硝酸铈溶液应为褐红色液体。

6 检验方法

6.1 铈质量分数的测定：GB/T 34609.1 铈化合物化学分析方法 第1部分 铈量的测定 硝酸六氨合铈重量法。

6.2 金属杂质元素质量分数的测定：GB/T 34609.2 铈化合物化学分析方法 第2部分 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

6.3 氯离子质量分数的测定按 YS/T 1380-2020 的规定进行。

6.4 $[H^+]$ 浓度的测定按附录 A 电位滴定法测定，

6.5 $[H^+]/[Rh^{3+}]$ 的值按计算式（1）进行

$$[H^+]/[Rh^{3+}] = \frac{[H^+] \times 102.91}{w \cdot \rho} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $[H^+]$ ——硝酸铈溶液中 $[H^+]$ 浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

w ——为铈的质量分数（%）；

ρ ——为产品的密度，单位为（g/L）。

计算结果保留小数点后两位数字。

6.6 溶解试验：称取 0.5g 产品（精确至 0.01g），用 10mL 去离子水溶解，溶液应澄清，无目视可见不溶物。

6.7 外观采用目视进行检查。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准（或订货合同）的规定，并填写质量证明书。

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；属于化学成分和稀释实验的异议，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出的产品组成。

7.3 检验项目

每批产品出厂前应进行化学成分、溶解试验及外观的检验。

7.4 取样

7.4.1 硝酸铈的取样按 GB/T 6680 液体化工产品采样通则的规定进行。

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 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

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、贮存及随行文件

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) 生产批号；
- 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 190 以及 GB/T 191 的规定。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 产品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、泡沫塑料等软物进行填充，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、批量或批号、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

- a) 产品检验报告单；
 - 检验项目及其结果或检验结论；
 - 检验日期；
 - 检验员签名或盖章。
- b) 其它。

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：

- a) 产品名称；
- b) 批号；
- c) 净重（或包装规格）；
- d) 本文件编号；
- e) 其他。

附录 A
(规范性附录)

硝酸铯中氢离子的测定 自动电位滴定法

A.1 范围

本文件规定了硝酸铯溶液中氢离子含量的测定方法。

本文件适用于硝酸铯溶液中氢离子含量的测定。测定范围 0.5mol/L~15 mol/L。

A.2 原理

根据经典的酸碱滴定理论，硝酸铯溶液中的氢离子跟氢氧化钠中和反应，通过复合玻璃电极检测，采用二次作图法，在滴定的同时由联机电脑实时同步绘制酸碱滴定的 pH-滴定体积曲线及其相应的一阶微分曲线，以这些曲线上游离酸发生中和反应引起的“pH 突跃”为滴定终点的判定依据。

A.3 试剂或材料

A.3.1 氢氧化钠（分析纯）。

A.3.2 氢氧化钠标准液：0.2mol/L。

A.3.3 邻苯二甲酸氢钾基准溶液：0.1000mol/L。称取 2.0422g 邻苯二甲酸氢钾基准物质（105~110℃干燥至恒重），置于 100mL 烧杯中，加 40mL 新沸过的冷去离子水，溶解完全后转移至 100mL 容量瓶中定容，摇匀。

A.3.4 电极校正液：pH=4.0(25℃)，pH=7.0(25℃)，pH=9.0(25℃)。

A.3.5 移液管：1mL，10mL。

A.4 仪器设备

A.4.1 自动电位滴定仪，配有复合玻璃电极，20mL定量管。

A.4.2 推荐仪器工作条件：动态 pH 滴定模式，滴定速度选择动态速度，电位评估选择等当点最大。

A.5 样品

样品储存于密闭容器内，用时现称。

A.6 试验步骤

A.6.1 试料

移取硝酸铯溶液样品0.2mL。

A.6.2 平行试验

平行做两份试验。

A.6.3 测定

A.6.3.1 电极校正

进入电脑，打开仪器控制程序，选择pH校正方法，将电极依次放入三个规格的缓冲液中，按照提示完成电极校正。

A.6.3.2 氢氧化钠标定

移取10mL邻苯二甲酸氢钾基准溶液于100mL烧杯中，稀释至70mL，用复合玻璃电极作指示电极，进入电脑，打开仪器控制程序，选择标定方法，运行方法，用待标定的氢氧化钠标准溶液滴定至终点。平行测定三次，仪器自动计算标定结果，显示氢氧化钠标准溶液的浓度，并保存在程序中。

氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度 C_1 (mol/L) 按式 (1) 计算：

$$C_1 = \frac{C_0 \times V_0}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C_0 ----邻苯二甲酸氢钾基准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_0 ----邻苯二甲酸氢钾基准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_1 ----标定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

A.6.3.3 样品测定

移取0.2mL硝酸铍溶液于100mL烧杯中，稀释至70mL，插入复合玻璃电极，进入电脑，选择推荐滴定方法，运行方法，氢氧化钠样品中的酸发生中和反应，反应接近终点时出现突跃点，其中最大突跃点为目标值。

A.7 试验数据处理

样品中氢离子 (H^+) 含量以物质的量浓度 C (mol/L) 计，按公式 (2) 计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

C_1 ----氢氧化钠的物质的量浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ----消耗的氢氧化钠的体积，单位为毫升 (mL)；

V ----试料的取样体积，单位为毫升 (mL)。

计算结果保留小数点后两位数字。

A.8 精密度

A.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)的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按以下表 1 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 1 重复性

硝酸铯	氢离子	摩尔浓度/mol/L	0.51	5.15	13.66
		r	0.05	0.13	0.45

A.8.2 再现性

在再现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再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按以下表 2 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 2 再现性

硝酸铯	氢离子	摩尔浓度/mol/L	0.51	5.15	13.66
		R	0.07	0.15	0.51

A.9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。