

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 933—××××

辛酸铑(II)

Rhodium(II) octanoate dime

(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/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。

本文件代替 YS/T 933-2013《辛酸铯》，与 YS/T 933-2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了标记，明确了产品名称、化学式、产品结构的内容（见第4章）；
- b) 增加了辛酸铯色谱纯度的要求（见表1）；
- c) 增加了辛酸铯化学成分中杂质元素 $Mg \leq 0.005\%$ 、 $Zn \leq 0.005\%$ 、 $Ir \leq 0.005\%$ 的要求（见表1）；
- d) 增加了辛酸铯色谱纯度测定方法按附录A的规定进行（见6.1.1）；
- e) 更改了铯质量分数测定方法，由按 YS/T 561 的规定进行改为按 GB/T34609.1 的规定进行（见6.1.2，2013年版的4.1）；
- f) 更改了杂质元素质量分数测定方法，由按 YS/T 363 的规定进行改为按 GB/T 34609.2 的规定进行（见6.1.3，2013年版的4.2）；
- 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的要求（见7.5.1）；
- i) 更改了标志，分为产品标志和包装标志（见8.1，2013年版的6.1）；
- j) 增加了附录A。

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、中国有色金属工业标准计量质量研究所、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、云南贵金属新材料控股有限责任公司。

本文件主要起草人：xxx、xxx、xxx、xxx、xxx、xxx、xxx。

本文件及所代替文件的历次的版本发布情况：

——2013年首次发布为 YS/T 933-2013

——本次为第一次修订。

辛酸铑

1 范围

本文件规定了辛酸铑的标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于医药化工行业用的辛酸铑。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 34609.1 铑化合物化学分析方法 第1部分 铑量的测定 硝酸六氨合铑重量法

GB/T 34609.2 铑化合物化学分析方法 第2部分 银、金、铂、钯、铱、钌、铅、镍、铜、铁、锡、锌、镁、锰、铝、钙、钠、钾、铬、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 标记

4.1 产品标记

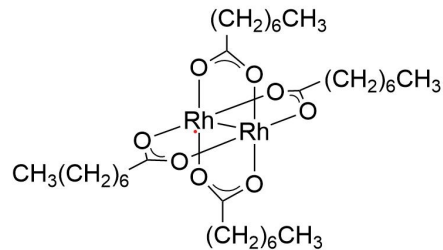
产品名称：辛酸铑

文件编号：YS/T 933

化学式： $[\text{Rh}(\text{C}_8\text{H}_{15}\text{O}_2)_2]_2$

产品标记：YS/T 933- $[\text{Rh}(\text{C}_8\text{H}_{15}\text{O}_2)_2]_2$

结构式：



5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表一的规定。

表1 化学成分

质量分数%

辛酸铯色谱纯度 不小于 (%)	铯质量分数 (%)	杂质元素质量分数, 不大于 (%)									
		Pb	Fe	Cu	Pd	Pt	Al	Ni	Mg	Zn	Ir
95	26~26.43	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005

5.2 溶解试验

产品三氯甲烷溶解后应澄清, 无目视可见不溶物。

5.3 外观质量

产品应为草绿色或鲜绿色粉末。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 辛酸铯纯度的测定按附录A的规定进行。

6.1.2 金属铯质量分数的测定按GB/T 34609.1的规定进行。

6.1.3 杂质元素质量分数的测定按GB/T 34609.2的规定进行。

6.2 溶解试验

称取0.2g样品, 量取10ML三氯甲烷, 于烧杯中煮沸, 溶解后溶液应澄清, 无目可看见不溶物。

6.3 外观质量

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, 每批应由同一投料批次组成。

7.3 检验项目

每批产品均应进行化学成分、溶解试验及外观质量的检验。

7.4 取样

7.4.1 产品化学成分、溶解性试验的取样: 应从同一批次产品中随机取样, 共取产品总量的1%~5%, 再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

在检验合格产品的内包装上应有如下标志：

- a) 产品名称；
- b) 生产批次；
- c) 数量；
- d) 生产日期。

8.1.2 包装标志

产品的包装箱标志应符合 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、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；
 - 批号；
 - 检验日期；
 - 检验员签名或盖章。
- b) 其他。

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) 规格；
- c) 净重（或件数）；
- d) 本文件编号；
- e) 其他。

附录A

(规范性附录)

辛酸铯化学分析方法

辛酸铯纯度的测定 高效液相色谱法

A.1 范围

本文件规定了主成分辛酸铯的色谱纯度测定方法。

本文件适用于辛酸铯色谱纯度的测定。

A.2 原理

辛酸铯甲醇溶液在波长 223nm 有最大吸收峰,采用峰面积归一法, 计算辛酸铯的纯度。

A.3 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为色谱纯的试剂和符合 GB/T6682 规定的一级水。

A.3.1 甲醇(色谱纯)

A.3.2 乙醇(色谱纯)

A.3.3 乙腈(色谱纯)

A.3.5 0.22 μ m 微孔滤膜过滤器。

A.4 仪器设备

A.4.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

A.4.2 推荐仪器工作条件:流动相:甲醇:水=100%(体积比);色谱柱 C18 柱;检测波长 223nm;流速 1.0mL/min;柱温 30 $^{\circ}$ C;进样量 10 μ L。

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

称取辛酸铯样品0.05g,精确至0.0001g。

A.6.2 平行试验

平行做两份试验。

A.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.6.4 测定

称取0.05g辛酸铯样品置于50mL烧杯中,用20mL无水甲醇超声溶解,转移至50mL容量瓶并用甲醇定容,摇匀,为待测液。经0.22 μ m针头式滤膜过滤器过滤,移取滤液进样,在色谱条件下进行测定。

A.6.5 在选定的仪器工作条件下，把所有出峰的组分含量之和按100%计，利用峰面积归一法定量。

A.7 试验数据处理

辛酸铯的纯度W，以%表示，按公式（1）计算：

$$W = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A---- 辛酸铯峰面积；

$\sum A_i$ ---- 所有组分峰面积之和；

计算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

在重复性条件下获得的两个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)按表1采用线性内插法获得。

表 1 重复性限

辛酸铯	纯度/%	90	95	98
	r/%	0.40	0.25	0.20

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大于再现性限（R），大于再现性（R）的情况不超过5%，再现性（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表 2 再现性限

辛酸铯	纯度/%	90	95	98
	R/%	0.50	0.30	0.25

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。
-

