ICS 77.150.99
CCS xxx

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××-202×

二（三苯基膦）羰基氯化铑

Bis(triphenylphosphine)rhodium carbonyl chloridee

（送审稿）

202×-××-××发布　　202×-××-××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》的规则起草。

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：西安凯立新材料股份有限公司。。。

本文件主要起草人：陈龙、高韩....

二（三苯基膦）羰基氯化铑

1 范围

本文件规定了二（三苯基膦）羰基氯化铑的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书等内容。

本文件适用于医药中间体、精细化工等行业以及制备其他含铑化合物用的二（三苯基膦）羰基氯化铑。

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/T6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T8170 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 硝酸六氨合钴重量法

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。

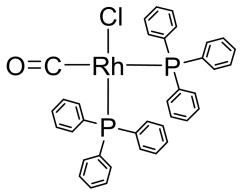
4. 产品标记

4.1 产品名称：二（三苯基膦）羰基氯化铑

4.2 化学式：$RhCl(CO)(PPh_3)_2$。

4.3 产品标记：YS/T XXX- $RhCl(CO)(PPh_3)_2$。

4.4 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 1 的规定。

表 1 化学成分

$RhCl(CO)(PPh_3)_2$,（质量分数），不小于/%	Rh（质量分数）/%	杂质元素（质量分数），不大于/%				
95	14.5～14.9	Al	Mg	Zn	Cu	Fe
		0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
		Ni	Pb	Pd	Pt	Mn
		0.002	0.002	0.005	0.005	0.002

5.2 溶解性

产品应溶于三氯甲烷溶液，无目视可见不溶物。

5.3 外观质量

产品应为黄色晶体粉末。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 二（三苯基膦）羰基氯化铑质量分数的测定

产品的质量分数的测定按附录 A 的规定进行。

6.1.2 铑质量分数的测定

铑质量分数的测定按照 GB/T 34609.1 的规定进行。

6.1.3 杂质元素质量分数的测定

称取 0.25g 试样用硝酸与聚四氟乙烯烧杯中加热溶解，按 GB/T 34609.2 的规定进行。

6.2 溶解试验

称取 1.0 g 试样（精确到 0.01g），用 10 mL 三氯甲烷溶解，溶液应清亮，无目视可见不溶物。

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　产品应由供方检验部门进行验收，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。

7.1.2　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 15 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共同进行。

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、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：从同一批次产品中随机多点取样，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，并采用修约值比较发判定。

7.5.2 产品检验项目化学成分、溶解试验项目中任一项的检验结果不合格时，则判该批产品不合格。

7.5.3 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　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。

8.2　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 产品应贮存于阴凉、干燥处，防止受潮。

8.3 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) 产品批号；

d) 数量；

e) 检验结果和技术监督部门印记；

f) 本标准编号；

g) 出厂日期。

9 订货单（或合同）内容

本标准所列产品的订货单（或合同）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)
二（三苯基膦）羰基氯化铑质量分数的测定 高效液相色谱法

警示——使用本附录的人员应有实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A. 1 方法原理

试料用二氯甲烷充分溶解后，利用高效液相色谱仪测定试料的质量分数，采用峰面积归一法，计算二（三苯基膦）羰基氯化铑的质量分数，质量分数的测定范围：90.0%~99.0%。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确定为色谱纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

A.2.1 二氯甲烷（色谱纯）

A.2.2 流动相：甲醇（色谱纯）：水为60 ： 40

A.2.3 0.22 μm 微孔滤膜过滤器。

A.3 仪器与设备

A.3.1 高效液相色谱仪(HPLC) （配有紫外检测器）

A.3.2 天平 (感量 0.01 mg)

A.3.3 推荐仪器工作条件

C18 液相色谱柱（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）；检测波长为 210 nm；柱温为 25℃；进样量为 10 μL；流速为 1 mL/ min。

A.4 样品

样品装入带有内、外盖的聚乙烯或聚丙烯塑料瓶中，严密封口、避光、保持干燥备用。

A.5 试验步骤

A.5. 1 试料溶液的配制

精确称取称 0.050 g 样品（精确至 0.0001 g），置于 50 mL 的容量瓶中，加入二氯甲烷 10 mL（A.2.1）溶解完全后，再用甲醇稀释至刻度，摇匀，为待测液。经 0.22μm 针头式（A 2.3）滤膜过滤器过滤，移取滤液进样，在色谱条件下进行测定。

A.5.2 平行试验

独立地进行 3 次测定，取其平均值。

A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.4 测定

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.6 试验数据的处理

二（三苯基膦）羰基氯化铑的质量分数 W，以%表示，按公式（1）计算：

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

式中：

A ---- 二（三苯基膦）羰基氯化铑峰面积；

$\sum A_i$ ---- 所有组分峰面积之和；

计算结果按 GB/T 8170 的规则进行修约，保留小数点后两位有效数字。

A.7 相对允许差

实验室之间分析结果的相对允许差应不大于 5%。

A.8 试验报告

试验报告应包括如下内容：

— 试样名称；

— 使用的分析方法；

— 所得谱图及数据；

— 试验日期；

— 其他基本试验步骤的差异和观察到的异常现象。