

ICS 77.120.70
H 68



中华人民共和国国家标准

GB/T 1421—2004
代替 GB/T 1421—1989

铑粉

Rhodium powder

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准是对 GB/T 1421—1989《铱粉》的修订。

本标准与原标准相比,主要有如下变动:

- 必须控制的杂质元素由 12 个增加到 16 个;
- 修订了部分杂质元素的最高允许量;
- 修订了杂质元素的光谱分析方法;
- 铱粉的牌号表示方法按 GB/T 18035—2000《贵金属及其合金牌号表示方法》。

本标准参照了美国 ASTM B616:1996《铱粉》的内容,其中 Mn、Mg、Zn、Ru 四个元素参考美国标准根据分析方法确定最高允许量。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1421—1989。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人:谭文进、张欣、文劲松。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1421—1989;
- GB/T 1421—1978。

铑 粉

1 范围

本标准规定了铑粉的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于火法及湿法冶炼所制得的铑粉。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 18035 贵金属及其合金牌号表示方法

3 要求

3.1 产品分类

按铑的含量分为 3 个牌号:SM-Rh99.99、SM-Rh99.95、SM-Rh99.9。

3.2 化学成分

3.2.1 铑粉的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 铑粉的化学成分

%

牌 号		SM-Rh99.99	SM-Rh99.95	SM-Rh99.9
铑含量不小于		99.99	99.95	99.9
杂 质 含 量 不 大 于	Pt	0.003	0.02	0.03
	Ru	0.003	0.02	0.04
	Ir	0.003	0.02	0.03
	Pd	0.001	0.01	0.02
	Au	0.001	0.02	0.03
	Ag	0.001	0.005	0.01
	Cu	0.001	0.005	0.01
	Fe	0.002	0.005	0.01
	Ni	0.001	0.005	0.01
	Al	0.003	0.005	0.01
	Pb	0.001	0.005	0.01
	Mn	0.002	0.005	0.01
	Mg	0.002	0.005	0.01
	Sn	0.001	0.005	0.01
Si	0.003	0.005	0.01	
Zn	0.002	0.005	0.01	
Ca	—	—	—	
杂质总量不大于		0.01	0.05	0.1

注 1. 本表中未规定的元素和挥发物的控制限及分析方法,由供需双方共同协商确定。
注 2. Ca 为非必测元素。

3.2.2 铍的含量为100%减去表中杂质元素实测总和的余量。

3.3 外观

铍粉为灰色粉末状金属,无目视可见的夹杂物及氧化色。

4 试验方法

4.1 铍粉的化学成分分析方法按附录A的规定进行。

4.2 铍粉中外来夹杂物采用目视检查。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 铍粉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。

5.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准(或订货合同)的规定不符合时,应在收到产品之日起3个月内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样由供需双方共同进行。

5.2 组批

铍粉应成批提交验收,每批应由同一牌号组成。

5.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、外观质量的检验。

5.4 取样和制样

5.4.1 化学成分的仲裁取样、制样,应从该批产品中任取三份占总量1%左右的试料,最少不低于1g,分别混匀后,以四分法缩至试样所需数量。

5.4.2 产品外观质量逐件检验。

5.5 检验结果判定

5.5.1 化学成分仲裁分析结果与本标准规定不符时,判该批不合格,或重定牌号。

5.5.2 外观质量与本标准规定不符时,判该件不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

在检验合格的产品上注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称、牌号、批号;
- c) 产品净重、毛重;
- d) 出厂日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 包装

产品装入带有塑料密封盖的塑料瓶中,严密封口,放入箱中进行中包装或外包装。包装单位(g/瓶):1、5、10、25、50、100、250、500、1 000。

6.2.2 运输

产品可以采用铁路、公路、水运、航空等方式运输。

6.2.3 贮存

产品贮存条件应符合：

- a) 无腐蚀性物质；
- b) 不污染产品。

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) 产品名称和牌号；
- c) 批号；
- d) 净重和件数；
- 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 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) 牌号；
- c) 重量；
- d) 本标准编号；
- e) 其他。

附录 A

(资料性附录)

发射光谱法测定铯中的杂质元素

A.1 范围

本方法规定了纯铯中杂质元素含量的测定方法。

本方法适用于纯铯及铯化合物中杂质元素含量的测定,测定范围应符合表 A.1 的规定。

表 A.1 测定范围

%

元 素	测定范围
Fe、Ni、Cu、Ag、Mg、Mn	0.000 26~0.01
Pt、Ir、Ru、Au、Si、Zn	0.001~0.04
Pb、Sn、Pd、Al	0.000 51~0.02

A.2 方法原理

本方法采用海绵(粉末)试样,杯状石墨电极盛样,直流电弧阳极激发摄谱,进行测定。

A.3 试剂和材料

A.3.1 盐酸(1.17 g/mL):优级纯。

A.3.2 硝酸(1.42 g/mL):优级纯。

A.3.3 氯化铵:纯度>99.99%。

A.3.4 高纯氯铯酸铵:经本分析方法摄谱检查,不得有杂质谱线。

A.3.5 石墨电极:光谱纯,直径 6 mm。

A.3.6 石墨粉:光谱纯。

A.3.7 感光板:紫外 II 或 III 型。

A.3.8 二次蒸馏水(离子交换后蒸馏两次)。

A.3.9 杂质元素标准溶液用光谱纯或 99.99% 以上的纯物质制备。

A.3.10 显影及定影剂:按感光板说明书要求配制。

A.3.11 标准试样

定量吸取杂质元素标准溶液加到高纯氯铯酸铵溶液中,制成杂质含量最高的 1 号标准溶液,再加入适量氯化铵,在红外灯下烤干,仔细研磨,移入石英舟,将石英舟置于管式电炉的石英管内,通氢气还原:200℃~250℃时加热 20 min;350℃时加热 30 min;750℃时灼烧 30 min。还原完后在氢气氛下冷却至室温,移入玛瑙研钵中研磨均匀,得到 1 号海绵标准样品,然后用高纯海绵铯按比例稀释 1 号海绵标准样品,并在各号中加入金属量四分之一的光谱纯石墨粉,研磨均匀,保存在干燥器中备用。各号标准样品的含量见表 A.2。

表 A.2 标准样品

%

测定元素	标准样品序号				
	1	2	3	4	5
Fe、Ni、Cu、Ag、Mg、Mn	0.010	0.004 0	0.001 6	0.000 64	0.000 26
Pt、Ru、Ir、Au、Si、Zn	0.040	0.016 0	0.006 4	0.002 6	0.001 0
Pb、Sn、Pd、Al	0.020	0.008 0	0.003 2	0.001 3	0.000 51

A.4 仪器、设备

- A.4.1 光栅摄谱仪:倒数线色散率 ≤ 0.5 nm/mm。
 A.4.2 直流电弧发生器。
 A.4.3 测微光度计或自动测光仪。
 A.4.4 分析天平:感量 0.1 mg。
 A.4.5 石墨电极加工装置:电极加工形状及尺寸见图 A.1 所示。
 A.4.6 管式电炉,石英管,石英舟。
 A.4.7 供给氢气装置。
 A.4.8 玛瑙研钵。

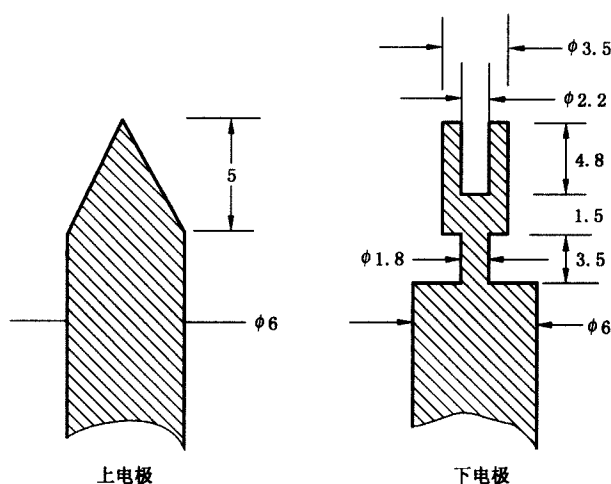


图 A.1

A.5 试样

- A.5.1 海绵铈:称取 300 mg 海绵铈试样,加入 75 mg 光谱纯石墨粉,研磨均匀待用。
 A.5.2 铈的化合物:先通氢灼烧还原成海绵铈之后按(A.6.1)处理方法进行。

A.6 分析步骤

A.6.1 试料

将试样装进 3 个石墨杯状电极的孔中,装满压紧即成。

A.6.2 摄谱

把电极装到电极夹上(装有试料的为下电极),对正后点燃直流电弧进行激发,用阶梯减光器进行至燃烧结束曝光。摄谱条件:狭缝 15 μm ,极距 3 mm,直流电弧,电压 250 V,电流强度 9 A。

A.6.3 测量

用测微光度计 S 标尺进行测量,以 $\lg R$ — $\lg C$ 坐标作图,查值计算杂质元素含量或用自动测光仪进行测量。分析线对见表 A.3。

表 A.3 分析线

元素	分析线波长/ nm	内标元素线波长/ nm	减光器透过率/ %
Ag	338.29	Rh284.93	10
Zn	334.55		100
Cu	327.39		10
Pd	324.27		50
Al	308.21		50
Si	288.15		100
Mg	280.27		10
Mn	280.10		100
Au	312.28	Rh299.56	100
Fe	302.06		100
Ni	300.24		100
Pt	299.79		100
Ir	292.47		100
Ru	287.49		100
Sn	283.99		100
Pb	283.3		100

其中 Ag、Cu、Mg 测定 10% 透过率部分, Pd、Al 测定 50% 透过率部分, 其余元素测定 100% 透过率部分。

A.7 分析结果表述

杂质元素含量用百分含量表示, 分析结果小于 0.01% 时, 表示至四位小数, 小于 0.001% 时, 表示至五位小数。

A.8 精密度

实验室间分析结果的相对偏差不大于 50%。