

ICS 71. 120. 10; 75. 180. 20; 23. 020. 30

G 93

备案号: 34469—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2471—2011

代替 HG/T 2471—2001

电解槽金属阳极涂层

Coating of dimensionally stable anode for electrolyzer

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准是代替 HG/T 2471—2001《电解槽金属阳极涂层》。

本标准与 HG/T 2471—2001 相比较主要变化如下：

——对引用标准进行了调整，剔除了废止的标准。

——调整了钌含量及强化寿命指标。

——对钌含量试验方法进行了调整。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化工机械与设备标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：锦西化工研究院、蓝星(北京)化工机械有限公司、苏州新区化工节能设备厂。

本标准主要起草人：霍春光、张良虎、田友利、黄东、陆崖青、邢家悟、包金祥。

本标准所代替的历次版本发布情况为：

——HG/T 2471—1993；

——HG/T 2471—2001。

电解槽金属阳极涂层

1 范围

本标准规定了电解槽金属阳极涂层的要求、试验方法、检验规则及金属阳极的包装、标志、贮运等。

本标准适用于电解槽中以钌为主体,以钛为基体,用于 NaCl 水溶液为电解液的氯碱工业隔膜法电解槽(以下简称为隔膜槽)、次氯酸钠工业无隔膜电解槽(以下简称为次氯酸钠槽)和氯酸盐工业无隔膜电解槽(以下简称为氯酸盐槽)的金属阳极涂层。

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 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

HG/T 3679 电解槽金属阳极涂层用三氯化钌

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

金属阳极 dimensionally stable anode

钛基体上被覆以钌为主体的贵金属氧化物阳极。

3.2

钌含量 ruthenium content

单位面积金属阳极涂层中含钌元素的质量。

3.3

均匀度 homogeneous degree

涂层涂制的均匀程度,用多点测定钌含量或相应的量值的相对标准偏差表示。

3.4

析氯电位 chlorine-liberated potential

在规定的电流密度下进行析氯电解反应时,相对于饱和氯化钾溶液的甘汞电极的电位。

3.5

极化率 polarisability

在进行电解反应时,随着电流密度的改变,相对应的电极电位变化的速率。用电流密度变化一个数量级时,电极电位的改变量表示。

3.6

强化寿命 fortifying life

金属阳极涂层在规定浓度的 H_2SO_4 溶液中,规定电流密度下进行电解反应,直到金属阳极涂层反应终止时的累计时间。

3.7

强化失重 fortifying weightlessness

金属阳极涂层在规定浓度的 NaOH 溶液中,规定电流密度下,进行规定时间的电解反应后,涂层质量的减少量。

3.8

试样 test sample

用于检测金属阳极涂层性能的样片。

3.9

试片 test piece

从试样中按规定截取,用来进行各种项目检验的单元样片。

4 材料

4.1 制造金属阳极涂层的主要材料三氯化钨应具有与该批次产品对应的质量证明书。

4.2 三氯化钨材料应符合 HG/T 3679 的规定。

5 要求

5.1 外观

5.1.1 金属阳极涂层表面应无污渍、无压痕、无杂质。

5.1.2 每片金属阳极涂层表面深度暴露出基材的划痕不得超过二处,每个划痕长度应不大于 20 mm。

5.1.3 每片金属阳极涂层表面深度暴露出基材的擦伤不得超过三处,每处擦伤面积应不大于 9 mm^2 。

5.2 结合状态

5.2.1 金属阳极涂层表层结合状态:用无色透明胶带粘结后,胶带不留黑痕。

5.2.2 金属阳极涂层与基材结合状态:将试片弯曲 180° 时,弯曲处的涂层应无剥离脱落。

5.3 技术要求

金属阳极涂层的各项技术指标应符合表 1 的规定,超出表 1 范围可以供需双方商定,并在合同中注明。

表 1 金属阳极涂层技术指标

序号	项 目	指 标			
		隔膜槽		次氯酸钠槽	氯酸盐槽
		固定阳极槽	扩张阳极槽		
1	钨含量/(g/m ²)	≥	6.0		
2	析氯电位(V _s .SCE)/V	≤	1.130		1.140
3	析氯极化率/mV	≤	40		
4	强化寿命 / h	≥	20	30	40
5	均匀度/%	≤	15.0		
6	强化失重/mg	≤	10.0		8.0
注:V _s .SCE(Saturated Calomel Electrode),表示相对饱和甘汞电极。					

5.4 再生金属阳极

修复后再生的金属阳极,其涂层的要求与新涂层相同。

6 试样

6.1 试样取样

本标准采用的试验方法为试样检测。试样可以按照 6.2 或 6.4 的规定制备,也可以从金属阳极本体取样。

6.2 试样制备

6.2.1 试样基材应与同批金属阳极基材一致。

6.2.2 试样基材的尺寸应不小于 $100\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ 。

6.2.3 试样基材与同批金属阳极同时进行退火、脱脂、酸洗刻蚀及清洗干燥等处理。

6.2.4 处理后的试样基材与同批金属阳极基材同时进行涂层制造。在涂层制造过程中,试样与同批金属阳极基材使用的涂液和涂刷次数应相同,其单位面积涂液用量应相等。

6.2.5 试样应按规定涂液用量单独涂制,每次涂制完毕后,与同批金属阳极一同进行干燥和烧结。

6.2.6 试样的标记号必须记录在同批金属阳极的制造记录上。

6.3 本体取样

6.3.1 金属阳极涂层从金属阳极本体取样时,取样位置可以视具体情况确定。

6.3.2 试样的尺寸应不小于所测项目要求面积的 1.5 倍(未受取样破坏的涂层部分)。

6.4 再生金属阳极试样的制备

从一批旧金属阳极中抽取一片金属阳极进行解体,并与同批旧金属阳极同时去除旧涂层,再按 6.2 的规定制备试样。

7 试验方法

7.1 基本要求

本标准除另有说明外,试验方法中的用水应符合 GB/T 6682 三级水或相当纯度的水规格;试剂溶液配制按 GB/T 601 规定制备;测定值或计算结果与本标准要求的比较,按 GB/T 8170 规定进行。

7.2 外观检验

将金属阳极置于明亮的环境中,目视检验。

7.3 结合状态检验

7.3.1 涂层表层结合状态检验

用宽度为 18 mm 的无色透明胶带,粘贴在金属阳极涂层上(网状电极沿网孔长截矩方向粘贴),粘结长度为 50 mm,用手压紧后,用一个稳定的拉力迅速揭下,放置在白纸上观察胶带上所粘结的涂层情况。

7.3.2 涂层与基材结合状态检验

7.3.2.1 试片尺寸: 100 mm (网状电极为网孔长截距) $\times 25\text{ mm}$ (网状电极为网孔短截距)。

7.3.2.2 测定:用 $\phi 12\text{ mm}$ 的圆形轴将试片按图 1 所示弯曲至平行,观察试片弯曲处涂层的状态。

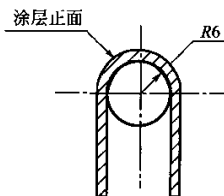


图 1 涂层与基材结合状态检验示意图

7.4 钌含量测定

7.4.1 仪器

试验所需仪器为一般实验室分析器具和以下仪器：

- 原子吸收分光光度计；
- 镍坩埚；
- 高温炉。

7.4.2 测定条件

光源：钌空心阴极灯。

火焰类型：乙炔-空气。

仪器参数：不同型号仪器的测定条件有所差异，可以根据使用说明书选择最佳测定条件。

7.4.3 检测步骤

7.4.3.1 试样溶液制备

采用碱熔法进行制备：从试样上取一定面积的试片（一般取约 200 mm²，网状电极以投影面积计算），将试片置于镍坩埚中，加入 5 g KOH 和 1 g KNO₃，在电炉上加热熔化后，放入 500 ℃～550 ℃高温炉内约 1 h，使其碱氧化。取出镍坩埚冷却至室温，将熔融物热水浸出，用水定容。

7.4.3.2 测定

按原子吸收分光光度计的操作规程开机，待仪器稳定后，按 GB/T 9723 规定进行测定。

7.4.3.3 结果计算

金属阳极涂层的钌(Ru)含量按式(1)计算。

$$Ru = n \frac{\rho V}{S} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Ru ——所测得的金属阳极涂层试片上的钌含量，单位为克每平方米(g/m²)；

n ——试样溶液稀释的倍数；

ρ ——测得试样溶液的钌(Ru)浓度，单位为克每毫升(g/mL)；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

S ——试片的面积，单位为平方米(m²)。

7.4.4 钌含量也可以采用 X 射线荧光仪法，或其他经过对比试验评定可行的检测方法。

7.4.5 检验结果产生异议时，原子吸收分光光度计法为仲裁检验方法。

7.5 析氯电位测定

7.5.1 仪器设备

试验所需仪器设备包括：

- 恒直流电源：电流稳定度 不大于 0.05 %；
- 电流表：0.25 级；
- 数字电压表：0～1.999 V；
- 游标卡尺：精度 0.02 mm；
- 电解槽：H 形透明槽，结构形状应符合图 2 所示，通道加滤片，上有溢出口，每个电解槽的总容量为 2 L，阴阳极间距为 160 mm ± 10 mm；

单位为毫米(mm)

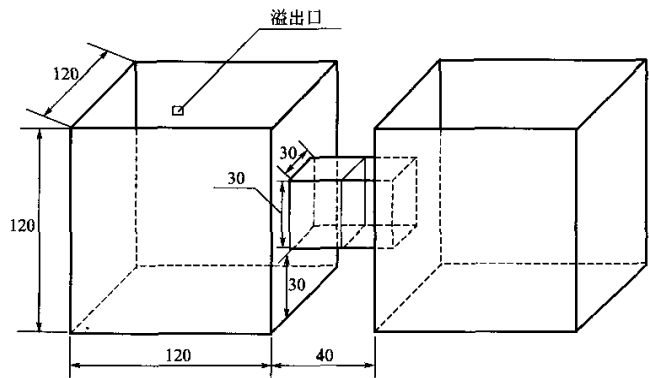


图 2 电位测定电解槽结构形状示意图

- 参比电极:饱和 KCl 溶液的甘汞电极;
- 盐桥:玻璃管盐桥,端部 $\phi 2\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$;或聚四氟乙烯管盐桥,端部 $\phi 1.5\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$ 。

7.5.2 试片

用游标卡尺从试样上量取面积为 $200\text{ mm}^2\sim 400\text{ mm}^2$ (网状试样为投影面积)的试片。

7.5.3 测定条件

析氯电位的测定条件见表 2。

表 2 析氯电位测定条件

项 目	条 件		
	隔膜槽	次氯酸钠槽	氯酸盐槽
电流密度/(A/m ²)	2 000		3 000
试验温度/℃	25±2		
电解液	氯化钠饱和溶液		

7.5.4 检测步骤

7.5.4.1 将试片固定在阳极导板上,装好盐桥,置入盛有氯化钠饱和溶液的电解槽中,接通导电路。

7.5.4.2 调节恒直流电源,使输出的电流强度对应规定的电流密度条件值。

7.5.4.3 按下面的方法之一读取电位值。

a) 待电解反应 5 min 到 10 min 内,读取重复出现三次以上的比较低的电位值,三者相互之间允许相对差的绝对值不超过 2 mV,取三者的最低值为该试片的析氯电位检验结果。

b) 待电解反应 10 min,在 20 s 内读取电位瞬时最低值,为该试片的析氯电位检验结果。

7.5.4.4 测试结束后,其试片应予编号封存;保存期应不少于 12 个月。

7.6 析氯极化率测定

7.6.1 仪器设备

析氯极化率测定用仪器设备同 7.5.1。

7.6.2 试片

析氯极化率测定用试片按 7.5.2 规定。

7.6.3 测定条件

析氯极化率的测定条件见表 3。

表 3 析氯极化率测定条件

项 目	条 件		
	隔膜槽	次氯酸钠槽	氯酸盐槽
电流密度/(A/m ²)	200、2 000		300、3 000
试验温度/℃	25±2		
电解液	氯化钠饱和溶液		

7.6.4 检测步骤

- 7.6.4.1 检测步骤同 7.5.4.1。
- 7.6.4.2 依次调节恒直流电源输出,使输出的电流强度对应规定的电流密度条件值。
- 7.6.4.3 检测步骤按 7.5.4.3 分别读取与电流密度值对应的电位值,它们的电位差值即为极化率检验结果。
- 7.6.4.4 测试结束后,试片同 7.5.4.4 处理。

7.7 强化寿命测定

7.7.1 仪器设备

- 试验所需仪器设备包括:
- 恒直流电源;
 - 电流表:0.5 级;
 - 电解槽:透明槽,每个电解槽的容量应为 1 L,阳极与阴极距离应为 20 mm ~ 25 mm。

7.7.2 试片

强化寿命测定用试片按 7.5.2 的规定。

7.7.3 测定条件

7.7.3.1 隔膜槽:

- 试验温度:40℃±2℃;
- 电流密度:10 000 A/m²;
- 电解液:[c(1/2 H₂SO₄)] = 0.25 mol/L。

7.7.3.2 次氯酸钠槽、氯酸盐槽:

- 试验温度:40℃±2℃;
- 电流密度:20 000 A/m²;
- 电解液:[c(1/2 H₂SO₄)] = 0.5 mol/L。

7.7.4 检测步骤

- 7.7.4.1 将试片固定在金属阳极导板上,装入盛有电解液的电解槽中,电解液应完全淹没试片的有效工作部分,接通电源,按规定的电流密度进行电解,记录反应开始时的槽电压及时间。
- 7.7.4.2 在电解过程中,应维持电解液的液位和浓度。
- 7.7.4.3 电解槽的槽电压上升 10 V 时停止试验,记录此刻的时间。
- 7.7.4.4 计算从初始反应到停止试验的累计时间,即为该试片的强化寿命检验结果。

7.8 均匀度测定

7.8.1 仪器设备

均匀度测定用仪器设备同 7.4.1 或其他可用于分析的仪器设备。

7.8.2 试样

从产品中随机抽取一片金属阳极作为试验的试样。在试样的一个侧面按照图 3 要求的位置取 12 个点,外加任意一点,共 13 个点为测定点。图 3 为氯碱隔膜法金属阳极电解槽金属阳极均匀度取样点示意图,其他形状的金属阳极参照取样。

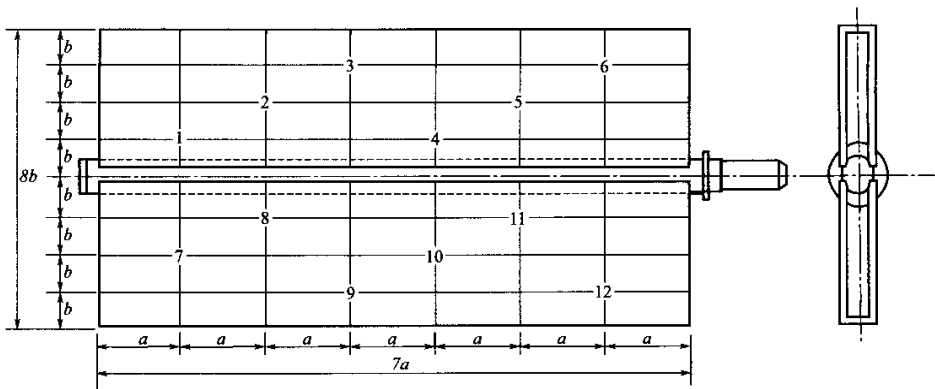


图 3 均匀度检测取样点示意图

7.8.3 测定条件

根据仪器的使用要求选择最佳测定条件。

7.8.4 检测步骤

按仪器的操作规程开机,待仪器稳定后,进行测定。

7.8.5 结果计算

金属阳极涂层均匀度按式(2)计算。

均匀度(%)= $\frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\%$ (2)

其中:

$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$ (3)

$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$ (4)

式中:

- \bar{X} ——测量值的算术平均值；
- X_i ——第*i*点的测量值；
- n*——测定点数,*n*=13；
- σ ——标准偏差。

7.9 强化失重测定

7.9.1 仪器设备

试验所需仪器设备包括:

- 恒直流电源；
- 电解槽:透明槽,阴阳极间距 20 mm~25 mm；
- 天平:感量 0.1 mg；
- 游标卡尺:精度 0.02 mm。

7.9.2 试片

用游标卡尺从试样上量取面积为 1 000 mm²(网状试样为投影面积)的试片。

7.9.3 测定条件

测定条件为:

- 试验温度:95℃±2℃；
- 电流密度:20 000 A/m²；
- 电解液:GR级[c(NaOH)]=8 mol/L。

7.9.4 检测步骤

- 7.9.4.1 试片用水清洗干净,然后干燥,恒重称量。
- 7.9.4.2 将试片装入电解槽中,电解液应完全淹没试片的有效电解部分。接通恒直流电源,按规定的电流密度电解4 h,取出试片。
- 7.9.4.3 对试片同7.9.4.1进行处理。
- 7.9.4.4 电解前后两次称量质量差值,即为强化失重检验结果。

8 检验规则

8.1 抽样

- 8.1.1 每制造100片金属阳极为一批,每一批金属阳极应按第6章规定制取不少于一片试样,不足100片金属阳极仍按一批计。
- 8.1.2 金属阳极涂层外观应逐片检验。
- 8.1.3 每批金属阳极应随机抽取不少于两片进行表层结合状态检验。
- 8.1.4 在用试片进行检验的项目中,析氯电位和析氯极化率检验可以用同一片试片,其余每项检验各用一片试片;型式检验项目应随机抽取不少于两片金属阳极作为样片,分别进行逐项检验。

8.2 产品检验

8.2.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

8.2.2 出厂检验

- 8.2.2.1 产品由生产单位的质量检验部门检验合格后,方可出厂,并应附有合格证和质量证明书。
- 8.2.2.2 出厂检验项目及要求见表4。

表4 产品检验

序号	项目	抽样	要求	试验方法	出厂检验	型式检验
1	涂层外观	8.1.2	5.1	7.2	√	√
2	涂层结合状态	8.1.3	5.2	7.3	√	√
3	钉含量	8.1.4	5.3	7.4	√	√
4	析氯电位	8.1.4	5.3	7.5	√	√
5	析氯极化率	8.1.4	5.3	7.6	√	√
6	强化寿命	8.1.4	5.3	7.7	√	√
7	均匀度	8.1.4	5.3	7.8		√
8	强化失重	8.1.4	5.3	7.9		√

8.2.3 型式检验

- 8.2.3.1 型式检验项目及要求见表4。
- 8.2.3.2 有下列情况之一时,应进行型式检验:
 - a) 产品试制、定型、鉴定时;
 - b) 改变配方、工艺时;
 - c) 停产6个月,恢复生产时;

- d) 正常生产时间达 12 个月时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 符合 8.3.4 的规定时；
- g) 质量监督机构提出时。

8.3 判定规则

8.3.1 每批金属阳极按第 6 章的规定抽样,样品的检验结果符合 8.2.2.2 的规定时,则判定同批金属阳极涂层经出厂检验合格。

8.3.2 从按 6.2 制备的试样上截取的试片测得的钎含量,高于同批金属阳极涂层预计投量的 5 % 时,截取该试片的试样作废,应从该试样所代表的同批金属阳极中随机抽取一片金属阳极,按 6.3 要求进行本体采样,按出厂检验要求进行检验。

8.3.3 试片检验数据有不符出厂检验项目及要求时,允许从该试片所属的试样上重新截取双倍数的试片对不合格项目进行复验。复验符合要求时,仍判定该试样的同批金属阳极涂层出厂检验合格。

8.3.4 复验试片的检验结果若仍不符合要求时,允许从该试样的同批金属阳极中随机抽取三片金属阳极分别按表 4 要求进行型式检验。

8.3.5 型式检验符合 8.2.3.1 的规定时,则判定同批金属阳极涂层型式检验合格;若有任何一项不符合要求时,则判定为不合格。

9 包装、标志及贮运

9.1 包装

9.1.1 单独出厂的金属阳极每片需用软质材料包裹后装入包装箱,并应有防止金属阳极间互相摩擦而损坏金属阳极涂层的措施。

9.1.2 产品出厂时,每个包装应有产品合格证,每批产品应有产品质量证明书和产品清单。

9.1.2.1 产品合格证应包括下列内容:

- a) 制造厂名称、出厂日期;
- b) 产品名称、型号及批号;
- c) 本标准代号及名称;
- d) 合格标识和检验员签章。

9.1.2.2 产品质量证明书应包括下列内容:

- a) 制造厂名称、出厂日期;
- b) 产品名称、型号及批号;
- c) 本标准的代号及名称;
- d) 本标准规定的出厂检验项目的实际检验结果;
- c) 检验员签章、质量检验部门的检验用章。

9.1.2.3 产品清单应包括下列内容:

- a) 订货单位和合同编号;
- b) 制造厂名称和出厂日期;
- c) 产品名称、型号;
- d) 每个包装箱产品的数量和产品总数;
- e) 所附文件的名称和份数。

产品清单应有制造厂负责装箱检验员的签章,填写装箱日期。

9.2 标志

包装箱上应有标志。标志应符合 GB/T 191 的规定,并注明下列内容:

- a) 产品名称及型号;

- b) 产品数量；
- c) 生产日期或产品批号；
- d) 外型尺寸；
- e) 生产单位名称,详细地址。

9.3 贮运

9.3.1 金属阳极存放时,应按 9.1.1 的要求将金属阳极装入包装箱内,放置在清洁、干燥、无腐蚀介质的室内。在室外存放时,应有防护措施。

9.3.2 金属阳极单独运输时,需装入包装箱内,且叠放数量不得超过 10 片,并应有防止金属阳极片间互相错动和因颠簸而跳动的措施。

9.3.3 金属阳极随整台电解槽运输时,应固定好金属阳极,金属阳极与阴极间应采用适当的方式隔开。

中华人民共和国
化工行业标准
电解槽金属阳极涂层

HG/T 2471—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数23千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1120

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究