

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34511—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3679—2011

代替 HG/T 3679—2000

电解槽金属阳极涂层用三氯化钌

Ruthenium trichloride for dimensionally stable anode coating in 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

本标准代替 HG/T 3679—2000《电解槽金属阳极涂层用三氯化钨》。

本标准与 HG/T 3679—2000 相比较,技术内容的主要差异如下:

——调整了引用标准(2000 年版 GB/T 619、GB/T 1250,本版为 HG/T 3921、GB/T 8170)。

——重新编写了检验规则(2000 年版未分节条编写;本版按采样、产品检验和判断规则等分别进行编写,修改了采样方法,质量证明书明确了具体内容项目)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、南京东锐铂业有限公司。

本标准主要起草人:霍春光、田友利、姚志刚、王健。

本标准所代替的历次版本发布情况为:

——HG/T 3679—2000。

请注意,本标准的某些内容可能涉及专利,本标准的发布者均不应承担识别这些专利的责任。

电解槽金属阳极涂层用三氯化钌

1 范围

本标准规定了电解槽金属阳极涂层用三氯化钌产品的要求、试验方法、检验规则、包装、标志及安全。

本标准适用于以金属钌粉或钌化合物为主要原料,用次氯酸钠法制备的,用于金属阳极涂层生产的三氯化钌固态物和盐酸水溶液。

分子式: $\text{RuCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:207.43(按2007年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008,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

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 产品分类

按照产品的形态分为固体三氯化钌和液体三氯化钌(三氯化钌盐酸水溶液)。

4 外观及性状

4.1 固体三氯化钌应为具有一定光泽的 β 型晶体颗粒,其颜色因含水量及工艺的不同而有差异,一般呈灰褐色或暗红色,极易潮解,溶于水、醇中,在热水中分解。

4.2 液体三氯化钌为红棕色,具有很强的酸性,可与水、醇互溶。

5 要求

电解槽金属阳极涂层用三氯化钌应符合表1或表2的规定。超出范围或使用回收钌及化合物为原料时,若需要增加杂质元素或其他要求可由供需双方商定,并在合同中注明。

5.1 固体三氯化钌的要求

固体三氯化钌的要求见表1。

表1 固体三氯化钌要求

%(质量分数)

项 目	指 标	
	I	II
钌(Ru)含量	35.0~38.0	
杂质含量		
铁(Fe) ≤	0.012	0.015
钠(Na) ≤	0.012	0.015
钙(Ca) ≤	0.012	0.015
镁(Mg) ≤	0.006	0.008
铜(Cu) ≤	0.006	0.008
正丁醇不溶物 ≤	0.5	0.8

5.2 液体三氯化钌的要求

液体三氯化钌的要求见表2。

表2 液体三氯化钌要求

项 目	指 标
钌(Ru)含量/(g/L)	120±5
杂质含量	
铁(Fe)/(mg/L) ≤	45
钠(Na)/(mg/L) ≤	45
钙(Ca)/(mg/L) ≤	45
镁(Mg)/(mg/L) ≤	20
铜(Cu)/(mg/L) ≤	20
盐酸含量(HCl)/(g/L)	70±5

6 试验方法

本标准所用试剂在没有注明其他要求均按分析纯试剂确定;滴定溶液、杂质标准溶液制剂及制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602 规定制备;实验用水在没有注明其他要求均按 GB/T 6682 或相当纯度的水规格,采用原子吸收方法的试验项目应符合 GB/T 6682 二级水或相当纯度的水规格,其他方法试验项目应符合 GB/T 6682 三级水或相当纯度的水规格。

6.1 钌含量的测定

6.1.1 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

6.1.1.1 仪器、设备

一般实验室分析器具和原子吸收分光光度计。

6.1.1.2 试验条件

6.1.1.2.1 光源:钌空心阴极灯。

6.1.1.2.2 火焰类型:乙炔-空气。

6.1.1.2.3 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。

6.1.1.3 测定步骤

6.1.1.3.1 固体三氯化钌称取 0.3 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g),液体三氯化钌量取 2.00 mL,用 1+4 盐酸溶液 25 mL 溶解后,用水定容至 100 mL。

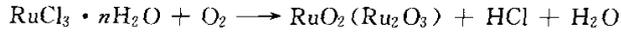
6.1.1.3.2 按原子吸收分光光度计的操作规程开机,待仪器稳定后,按 GB/T 9723 规定进行测定。

6.1.2 氢还原法

固体三氯化钌可以采用此方法进行测定。

6.1.2.1 方法原理

试样在一定温度下氧化,生成钌的氧化物,在高温下通氢还原成金属钌。主要反应如下



6.1.2.2 仪器、设备

一般实验室器具和

6.1.2.2.1 坩埚,陶瓷或石英;

6.1.2.2.2 氢气发生器;

6.1.2.2.3 流量计;

6.1.2.2.4 硫酸洗气瓶;

6.1.2.2.5 管式电炉,温度可以控制。

6.1.2.3 分析步骤

称取 0.3 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)放在恒重的坩埚中。将装有试样的坩埚移入管式电炉内,并在电炉的入、出口接入装浓硫酸的洗气瓶,管式电炉通电加热,在 120 °C~150 °C 保持 2 h(或用烘箱使试样在 120 °C~150 °C 下焙烘 2 h 后,再移入管式电炉内)。在(700±50) °C 通氢气 1.5 h,氢气流量保持 0.5 L/min。使试样在干燥环境下冷却,称量坩埚及内容物至恒重。

6.1.2.4 结果计算

以质量分数表示的钌含量(X_1),按式(1)计算,

$$X_1(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——还原后的金属钌和坩埚的质量的数值,单位为克(g)。

注:三氯化钌中仅含有微量杂质,其质量远小于钌的质量,计算钌含量时杂质质量忽略不计。

6.1.2.5 允许差

取不少于两个的平行试样测定结果的算术平均值为测定结果。其相对偏差应不大于 1 %。

6.2 杂质含量测定

采用火焰原子吸收光谱法测定。

6.2.1 仪器、设备

三氯化钌杂质含量测定的仪器、设备同 6.1.1.1。

6.2.2 试验条件

6.2.2.1 光源:与测定杂质元素相对应的空心阴极灯。

6.2.2.2 火焰类型:根据所测元素确定。

6.2.2.3 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。

6.2.3 测定步骤

三氯化钌杂质含量的测定步骤同 6.1.1.3。

6.3 正丁醇不溶物的测定

6.3.1 仪器、设备

一般实验室器具和以下仪器、设备

6.3.1.1 瓷坩埚;

6.3.1.2 高温炉,温度可保持在(850±50)℃。

6.3.2 试剂

正丁醇。

6.3.3 分析步骤

称取 0.3 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g),加 30 mL 正丁醇在室温下使试样溶解,溶解时间应不超过 1 h。用快速定量滤纸过滤,用正丁醇洗涤至滤液无色。将滤纸移入恒重的瓷坩埚中,干燥后,置入高温炉中缓慢加热,在(850±50)℃保持 1 h,冷却到 100℃以下,置于干燥器内冷却至室温,恒重称量。

6.3.4 结果计算

以质量分数表示的正丁醇不溶物含量(X₂),按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m₀ —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- m₁ —— 瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m₂ —— 灼烧后残渣和瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g)。

6.4 盐酸含量的测定

6.4.1 方法原理

用滴定法测定溶液中氯的总量,扣除根据测得的三氯化钌中钌含量计算出的氯量,再转换为盐酸(HCl)的量。

6.4.2 试剂和材料

- 6.4.2.1 硝酸:65%~68%;
- 6.4.2.2 硼氢化钠溶液:30 g/L;
- 6.4.2.3 硝酸银标准滴定溶液:c(AgNO₃)=0.1 mol/L;
- 6.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)=0.1 mol/L;
- 6.4.2.5 酚酞指示液:10 g/L;
- 6.4.2.6 铬酸钾指示液:50 g/L。

6.4.3 分析步骤

取 2.0 mL 的试样(V₀)于烧杯中,加入 20 mL 水和 12 mL 的硼氢化钠,加热至沸,并保持恒温 1h 后,进行过滤;用水将装试样的烧杯和滤液的容器进行清洗,将滤液和洗液移入 250 mL(V₁)容量瓶中,加入 4 mL 的硝酸,用水稀释至刻度摇匀。移取 5.0 mL(V₂)该溶液于锥形瓶中,加酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定至溶液为淡粉色;再加铬酸钾指示液 1.5 mL,用硝酸银标准滴定溶液(V₃)滴定至微红色为终点。

6.4.4 结果计算

以每升溶液中含盐酸(HCl)的质量(g)表示盐酸含量(X₃),按式(3)计算:

$$X_3 = 1.03(P_2 - P_1) \dots\dots\dots (3)$$

其中,

$$P_1 = 1.05P$$

$$P_2 = \frac{McV_3}{V_0(V_2/V_1)}$$

式中:

- 1.03 —— 氯量转换为盐酸(HCl)的量的系数,即盐酸(HCl)的摩尔质量与氯(Cl)的摩尔质量的比值;
- 1.05 —— 氯折算为三氯化钌的系数,即三氯化钌(RuCl₃)中氯的占有量与钌的占有量的比值;
- P —— 测得的试样中钌含量,单位为克每升(g/L);

- c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_0 ——试样量,单位为毫升(mL);
 V_1 ——处置稀释后试样溶液的量,单位为毫升(mL);
 V_2 ——从稀释试样溶液中取出用于滴定的量,单位为毫升(mL);
 V_3 ——消耗硝酸银标准滴定溶液的量,单位为毫升(mL);
 M ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

7 检验规则

7.1 采样

- 7.1.1 生产单位应按每个烘干容器内产品量或一个生产周期的产品量为一个批次,每个批次应取不少于一个试样,一个试样可以由多个分试样组成。
- 7.1.2 固体三氯化钨应根据产品的颗粒情况,按粉末、小颗粒、块状等不同颗粒分别进行采样作为分试样,每个分试样颗粒的质量应不少于3g;液体采取的试样量应不少于50mL。
- 7.1.3 包装后产品或产品用户应以产品包装上标注的批次,每个批次按HG/T 3921规定的包装后产品采样单元数进行采样,采取的每个包装单元中试样的采样量及方法同7.2.2。
- 7.1.4 试样应置于耐酸的容器内密封,做好标记。

7.2 产品检验

- 7.2.1 产品检验采取全项检验,检验项目应符合第5章规定。
- 7.2.2 固体三氯化钨应对各分试样颗粒分别进行检验,以各分试样颗粒检验结果的算术平均值为该批次或该包装单元的检验结果。
- 7.2.3 各批次产品应经过生产单位质量检验部门或委托具有资质的质量检验机构进行检验,并按批次出具质量证明书方可出厂,产品质量证明书应包括如下内容:
- a) 生产单位名称;
 - b) 产品名称;
 - c) 产品生产日期或批号;
 - d) 本标准的代号及名称;
 - e) 本标准规定的各项指标的要求值和实际检验结果;
 - f) 超出本标准规定的要求,在合同中约定的检验项目和这些项目的实际检验结果;
 - g) 质量检验部门的检验用章。

7.3 判断规则

- 7.3.1 固体三氯化钨的检验结果符合5.1规定,液体三氯化钨检验结果符合5.2规定,判定同批产品合格。若有一项不合格,可以从同批产品中抽取双倍试样,重复检验全部项目,如有任何一个项目不合格,判定成批产品不合格。
- 7.3.2 产品用户应按HG/T 3921规定进行验收。
- 7.3.3 检验结果按GB/T 8710规定的修约值比较法判定试验结果是否符合要求。

8 包装及标志

按GB 15346的规定进行。

8.1 包装

- 8.1.1 内包装:固体三氯化钨可以根据具体情况选择第3类、第4类包装单位,按NB-8的包装形式进行。液体三氯化钨应选择第5类包装单位,按NB-49的包装形式进行。
- 8.1.2 外包装:在不损坏内包装的前提下,可以根据具体情况进行选择。

8.2 标志

8.2.1 产品的每个包装单位上都应粘贴标志。标志上应标明：产品名称(中文、英文)、本标准编号、分子式和相对分子质量、质量级别类别、钌实测含量和杂质的最高含量、产品性状、净含量或体积、生产日期或批号、生产单位名称、生产单位地址等。

液体三氯化钌还应有 GB 190 规定的“腐蚀性物品”标志。

8.2.2 标志文字,必须印刷清楚、整齐。除生产批号、生产日期及钌实测含量可采用标打方式外,其他内容不得采用标打、书写等方式。标志要保证粘贴牢固、端正、完整、清洁。

9 安全

固体三氯化钌极易吸潮,使用及接触时应避免造成污染。

液体三氯化钌属强酸性腐蚀性物品,使用及接触时应采取相应的措施。

中华人民共和国
化工行业标准
电解槽金属阳极涂层用三氯化钨

HG/T 3679—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 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1101

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：10.00元

版权所有 违者必究