

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2471—2001

HG/T 2951—2001

电解槽金属阳极涂层 隔膜法金属阳极电解槽

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10150—2002

HG/T 2471—2001

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 2471—1993 《隔膜法电解槽金属阳极涂层》修订而成的。

本标准与 HG/T 2471—1993 的主要差异为:

——将标准名称作了修正,从而标准的适用范围从仅适用于一个产品扩大到适用于同类的几个产品。

——将“材料和机械加工”部分,修订为“材料”,而且仅保留了涂层的主要材料部分。

——调整了涂层的技术指标:

(1) 取消了“物相”指标;

(2) 将技术指标分为三种,以适应不同用途产品的实际需要。

——在试样部分增加了本体取样,试样的制备也进行了调整。

——对仪器设备及试验条件作了进一步明确的规定。

——调整了析氯电位及其极化率的读数方法和试验条件。

——明确了强化寿命的检验终点。

——重新确定了均匀度的取样点。

——全面调整了检验规则,增加了检验结果的判断原则。

——明确了出厂文件的要求。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2471—1993。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业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、北京化工机械厂、阜新化工设备有限责任公司。

本标准主要起草人:霍春光、邢家悟、王可新、王文、石锦华、赵国瑞。

本标准于 1993 年 6 月第一次发布。

电解槽金属阳极涂层

HG/T 2471—2001

Coating of dimensionally stable anode for electrolyzer

代替 HG/T 2471—1993

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,以氯化钠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 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB 12176—1990 次氯酸钠发生器

HG/T 3679—2000 电解槽金属阳极涂层用三氯化钌

3 定义

本标准采用下列定义:

3.1 钌含量 ruthenium content

单位面积金属阳极涂层中含钌元素的质量。

3.2 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。

3.3 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。

3.4 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。

3.5 强化寿命 fortifying life

金属阳极涂层在规定浓度的硫酸溶液中,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。

3.6 强化失重 fortifying weightlessness

金属阳极涂层在规定浓度的氢氧化钠溶液中,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。

3.7 试样 test sample

用于检测金属阳极涂层性能的样片。

3.8 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必须具有原材料生产单位出具的质量证明书。

4.2 三氯化钨材料应符合 HG/T 3679 的规定。

5 要求

5.1 金属阳极涂层技术指标

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 范围时可供需双方商定,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
1	钎含量,g/m ²	≥	7.0	8.0
2	析氯电位(Vs,SCE),V	≤	1.130	1.140
3	析氯极化率,mV	≤	40	
4	强化寿命,min	≥1 000	按 GB 12176 规定	≥3 000
5	均匀度,%	≤	15.0	
6	强化失重,mg	≤	10.0	8.0
注:Vs,SCE(Saturated Calomel Electrode)表示相对饱和甘汞电极。				

5.2 金属阳极涂层外观

5.2.1 金属阳极涂层表面应无污渍、无压痕、无杂质。

5.2.2 每片金属阳极的划痕不得超过二处,每个划痕长度应不大于 20 mm,深度不得暴露出基材。

5.2.3 每片金属阳极的表面擦伤不得超过三处,每处擦伤面积应不大于 9 mm²,深度不得暴露出基材。

5.3 金属阳极涂层结合状态

5.3.1 涂层表面结合状态:用无色透明胶带粘结后,胶带不留明显黑痕,并与标准样品对照。

5.3.2 涂层与基材结合状态:将试片弯曲 180°时,弯曲处应无剥离。

5.4 修复再生的金属阳极,其涂层的要求与新涂层相同。

6 试样

本标准采用的试验方法主要为试样检测。试样可以按 6.1 或 6.3 的规定制备,也可以从金属阳极本体取样。

6.1 试样的制备

6.1.1 试样基材应与同批金属阳极基材一致。

6.1.2 试样基材的尺寸应不小于 100 mm×100 mm。

6.1.3 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。

6.1.4 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。

6.1.5 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。

6.1.6 试样的标记号必须记录在同批金属阳极的制造记录上。

6.2 本体取样

6.2.1 金属阳极从本体取样时,取样位置可以视具体情况确定。

6.2.2 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投影面积)。

6.3 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 6.1 的规定制备试样。

7 试验方法

除另有注明外,本试验方法中的用水应符合 GB/T 6682 三级水规格。

7.1 钉含量测定

7.1.1 仪器

X 射线荧光仪。

7.1.2 试片

按照仪器的要求确定。

7.1.3 测定条件

根据仪器的使用要求选择最佳测定条件。

7.1.4 测定步骤

7.1.4.1 按仪器的操作规程开机,待仪器稳定后进行测定。

7.1.4.2 定时 20 s 计数,在 18.37° 处测定钉的荧光强度,利用公式或工作曲线计算钉含量。

7.1.4.3 试片正反面的叠合值为金属阳极涂层钉含量的测定结果。实际的测定值应按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法进行数值修约,最终结果应符合表 1 的规定。

7.1.5 钉含量的其他检测方法,经过对比试验评定可行后,也可以采用。

7.2 析氯电位试验

7.2.1 仪器、设备

恒直流电源:电流稳定度小于等于 0.05%。

电流表:0.5 级。

数字电压表:0~1.999 V。

电解槽:H 形透明槽,结构形状应符合图 1 示意。通道加滤片,阴阳极间距为 (160 ± 10) mm,每个电解槽的总容量为 2 L。

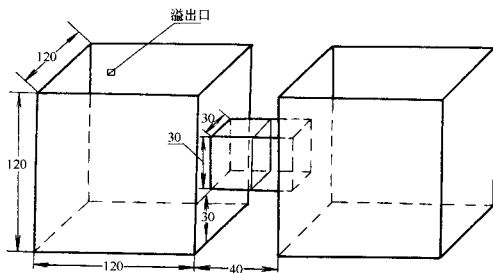


图 1 电位测定电解槽结构形状示意图

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 $\phi 1.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ 。

7.2.2 试剂

氯化钠(AR)饱和溶液。

氯化钾(AR)饱和溶液。

7.2.3 试片

用精度为 0.02 mm 的游标卡尺精确地从试样上进行量取,使试片的面积为 $2.0 \sim 4.0\text{ cm}^2$ (投影面积)。

7.2.4 试验条件

析氯电位的试验条件见表 2。

表 2 析氯电位试验条件

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, $^{\circ}\text{C}$	25 ± 2		
电解液	氯化钠饱和溶液		

7.2.5 试验步骤

7.2.5.1 将试片固定在阳极导板上,装好盐桥,放入盛有 NaCl 饱和溶液的电解槽中,接通导电路线。

7.2.5.2 调节恒直流电源,使输出电流密度为规定值,按下面的方法之一读取电位值,但均应符合表 1 的规定。

a) 待电解反应 $5 \sim 10\text{ min}$ 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,即为该试片的析氯电位检验结果。

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

7.3 析氯极化率试验

7.3.1 仪器设备

同 7.2.1。

7.3.2 试剂

同 7.2.2。

7.3.3 试片

按 7.2.3 规定。

7.3.4 试验条件

析氯极化率的试验条件见表 3。

表 3 析氯极化率试验条件

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, $^{\circ}\text{C}$	25 ± 2		
电解液	氯化钠饱和溶液		

7.3.5 试验步骤

7.3.5.1 同 7.2.5.1。

7.3.5.2 依次调节恒直流电源的输出电流密度为规定的条件值,按 7.2.5.2 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,并应符合表 1 的规定。

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

7.4 强化寿命试验

7.4.1 仪器设备

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 1L,阳极与阴极距离应为 20~25mm。

7.4.2 试剂

硫酸(AR):0.5 mol/L。

7.4.3 试片

按 7.2.3 的规定。

7.4.4 试验条件

7.4.4.1 次氯酸钠槽

按 GB 12176 规定。

7.4.4.2 隔膜槽、氯酸盐槽

试验温度:(40±2)℃。

电流密度:10 000 A/m²。

硫酸(AR)电解液:0.25 mol/L。

7.4.5 试验步骤

7.4.5.1 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。

7.4.5.2 在电解过程中,应维持电解液的液位和浓度。

7.4.5.3 当电解槽的槽电压上升 10 V 时停止试验,记录此刻的时间。

7.4.5.4 计算从初始反应到停止试验的累计时间,并按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法进行数值修约后,即为该试片的强化寿命检验结果,并应符合表 1 的规定。

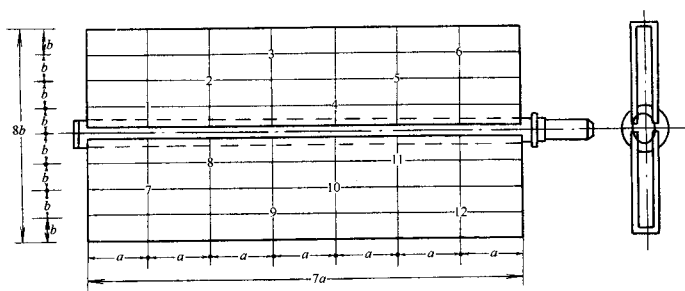
7.5 均匀度测定

7.5.1 仪器设备

X 射线荧光仪或达到 7.1.5 要求的其他可以进行钎含量分析的仪器设备。

7.5.2 试样

从产品中随机抽取一片金属阳极作为测定的试样。在试样的一个侧面按照图 2 要求的位置取 12 个点,外加任意一点,共 13 个点为测定点。



注：其他形状的金属阳极参照取样。

图2 均匀度测定取样点示意图

7.5.3 测定条件

根据仪器的使用要求选择最佳测定条件。

7.5.4 测定步骤

按仪器的操作规程开机,进行测定。

7.5.5 测定结果按式(1)进行计算,并应符合表1的规定。

$$\text{均匀度}(\%) = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \quad (1)$$

其中,

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (2)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (3)$$

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。

7.6 强化失重测定

7.6.1 仪器设备

恒直流电源。

电解槽:透明槽,阴阳极间距 20~25 mm。

天平:感量 0.1 mg。

7.6.2 试剂

氢氧化钠(GR);8 mol/L。

7.6.3 试片

用精度为 0.02 mm 的游标卡尺精确地从试样上进行量取,使试片的面积为 10.0 cm²(投影面积)。

7.6.4 测定条件

测定温度:(95±2)℃。

电流密度:20 000 A/m²。

氢氧化钠(GR)电解液:8 mol/L。

7.6.5 测定步骤

7.6.5.1 试片用水清洗干净,然后干燥,称至恒重。

7.6.5.2 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,用水清洗干净后,干燥称至恒重。

7.6.5.3 电解前后两次称量差值,即为强化失重的结果,并应符合表1的规定。

7.7 金属阳极涂层结合状态试验

7.7.1 表层结合状态试验

用宽度为18 mm的无色透明胶带,沿网孔长截矩方向粘贴在金属阳极涂层上,粘结长度为50 mm,用手压紧后迅速揭下,放置在白纸上观察胶带上所粘结的涂层情况,应符合5.3.1的规定。

7.7.2 涂层与基材结合状态试验

7.7.2.1 试片尺寸:100 mm(网孔长截距)×25 mm(网孔短截距)。

7.7.2.2 用 $\phi 12$ mm的圆形轴将试片按图3所示弯曲至平行,观察试片弯曲处涂层的状态,应符合5.3.2的规定。

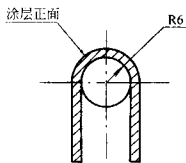


图3 涂层与基材结合状态试验示意图

7.8 金属阳极涂层外观检验

目视检验,应符合5.2的规定。

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章规定制取一片试样,不足100片金属阳极仍按一批计。

8.1.2 用试片检验的项目,析氯电位和析氯极化率检验可以用一片试片,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。

8.1.3 金属阳极涂层外观应逐片检验。

8.1.4 每批金属阳极应随机抽取两片进行表层结合状态检验。

8.2 产品检验

产品检验分出厂检验和型式检验。

8.2.1 出厂检验

8.2.1.1 本标准表1中1、2、3、4和5.2、5.3为出厂检验项目。

8.2.1.2 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 型式检验

8.2.2.1 本标准第5章的全部规定为型式检验项目。

8.2.2.2 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) 停产六个月,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8.1的规定抽样,样品的检验结果符合8.2.1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6.1制备的试样上截取的试片上测得的钎含量,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合出厂检验项目及要求的,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进行型式检验。

8.3.5 型式检验符合规定时,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、标志及贮存

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 产品出厂时应有产品合格证、产品质量证明书及产品清单。

9.1.2.1 产品合格证应包括如下内容:

- 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) 检验员签章。

9.1.2.2 产品质量证明书应包括如下内容:

- 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。
- e) 检验员签章、质量检验部门的检验用章。

9.1.2.3 产品清单应包括如下内容:

- 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 191 的规定,并应注明如下内容:

- a) 产品名称及型号。
- b) 产品批号。
- c) 产品数量及净重。
- d) 生产日期。
- e) 外型尺寸。
- f) 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。
