

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:7508—2000

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

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

2000-06-05 发布

2001-03-01 实施

---

国家石油和化学工业局 发布

## 前 言

本标准是以满足电解槽金属阳极涂层生产的应用要求为目的而制定的。

本标准提出的质量要求和质量控制方法,主要是结合国内实际情况,参考了国内部分企业标准和主要生产企业产品检验结果。同时,根据国内实际生产水平以及应用的不同要求,将固体三氯化钨分为 I 型和 II 型。I 型适用于要求比较高的领域,如离子膜电解槽金属阳极涂层等;II 型适用于一般要求的领域。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氟碱分技术委员会归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、葫芦岛金属阳极质量检测中心、上海贵冠文化用品有限公司、唐山市银河化工厂、上海贺利氏工业技术材料有限公司。

本标准主要起草人:霍春光、王文、郭取铮、刘明、张雪涛。

本标准为首次发布。

电解槽金属阳极涂层用三氯化钌

Ruthenium trichloride for dimensionally stable anode coating  
in electrolyzer

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,主要用于金属阳极涂层生产的三氯化钌固态物或盐酸水溶液。

分子式  $\text{RuCl}_3$

相对分子质量 207.43(按 1995 年国际相对原子质量)

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为本标准的条文。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 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则

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(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 产品分类

按照产品的品种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 要求

4.1 外观及性状

固体三氯化钌为带有光泽的晶体颗粒,其颜色因含水量的不同而有差异,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。

液体三氯化钌为红棕色,具有很强的酸性,可与水、醇相溶。

4.2 技术要求

4.2.1 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	含 量	
	I 型	II 型
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

4.2.2 液体三氯化钌的要求,见表2。

表2 液体三氯化钌要求

项 目	含 量
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(HCl), g/L	70±5
注:钌(Ru)及盐酸(HCl)的含量也可以由供需双方商定。	

4.2.3 三氯化钌应为 $\beta$ 型的晶体。

## 5 试验方法

除另有说明,本试验方法中所用滴定分析(容量分析)用标准溶液、杂质测定用标准溶液均按 GB/T 601、GB/T 602 规定制备。实验用水应符合 GB/T 6682 三级水规格。试剂的纯度应不低于分析纯。

### 5.1 钌含量的测定

#### 5.1.1 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

##### 5.1.1.1 仪器、设备

一般实验室仪器和  
原子吸收分光光度计。

##### 5.1.1.2 试验条件

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。

##### 5.1.1.3 测定

按 GB/T 9723 规定进行测定,同时根据本产品的特点,应达到如下要求:

- 固体三氯化钌称取样品应精确至 0.0001g;液体三氯化钌量取样品应精确至 0.05mL。
- 仪器精密密度偏差应不大于 1%。

#### 5.1.2 氢还原法

固体三氯化钌可以采用此方法进行测定。

## 5.1.2.1 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:



## 5.1.2.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

坩埚:陶瓷或石英。

氢气发生器。

流量计。

硫酸洗气瓶。

管式电炉,温度可以控制。

## 5.1.2.3 分析步骤

称取 0.3~0.5g 样品(精确至 0.0001g)放在恒重的坩埚中。将坩埚和样品移入管式电炉内,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 120~150℃ 保持 2h(或用烘箱使样品在 120~150℃ 下焙烘 2h 后,再移入管式电炉内)。在 (700±50)℃ 通氢气 1.5h,氢气流量保持 0.5L/min。使样品在干燥环境下冷却,准确称量坩埚及内容物至恒重。

## 5.1.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的钌含量( $X_1$ )按式(1)计算:

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

式中: $m_0$ ——样品质量,g;

$m_1$ ——坩埚质量,g;

$m_2$ ——还原后的金属钌和坩埚的质量,g。

注:因为三氯化钌中仅含有微量杂质,其质量远小于钌的质量,所以钌含量中杂质质量可以忽略不计。

## 5.1.2.5 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%。

## 5.2 杂质测定

采用火焰原子吸收光谱法测定。

## 5.2.1 仪器设备

同 5.1.1。

## 5.2.2 试验条件

光源:与测定杂质元素相对应的空心阴极灯。

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。

## 5.2.3 测定

按 GB/T 9723 规定进行测定。

## 5.3 正丁醇不溶物的测定

## 5.3.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

瓷坩埚。

高温炉,温度可保持在 (850±50)℃。

## 5.3.2 试剂

正丁醇。

### 5.3.3 分析步骤

称取 0.3~0.5g 样品(精确至 0.000 1g),加正丁醇 30mL 在室温下使样品溶解,溶解时间不能超过 1h。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,进行干燥后,置入高温炉中缓慢加热,在(850±50)℃保持 1h。在干燥器内冷却,称至恒重。

### 5.3.4 分析结果的表述

以灼烧残渣的质量百分数表示的正丁醇不溶物( $X_2$ )按式(2)计算:

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

式中: $m_2$ ——残渣和瓷坩埚的质量,g;

$m_1$ ——瓷坩埚的质量,g;

$m_0$ ——样品的质量,g。

## 5.4 盐酸含量的测定

### 5.4.1 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。

### 5.4.2 试剂和材料

硼氢化钠:30g/L。

硝酸:65%~68%。

酚酞指示剂:10g/L。

氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

铬酸钾指示剂:50g/L。

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol}$ 。

### 5.4.3 分析步骤

取 2mL 的样品( $V_0$ )于烧杯中,加入 20mL 水和 12mL 的硼氢化钠,加热煮沸并保持恒温 1h 后,进行过滤;用水将装样品的烧杯和滤液的容器进行清洗,将滤液和洗液移入 250mL( $V_1$ )容量瓶中,加入 4mL 的硝酸,用水稀释至刻度摇匀;移取 50.00mL( $V_2$ )该溶液于锥形瓶中,加酚酞指示剂 2 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定至溶液为淡粉色;再加铬酸钾指示剂 1.5mL,用硝酸银标准滴定溶液( $V_3$ )滴定至微红色为终点。

### 5.4.4 分析结果的表述:

以每升溶液中含盐酸(HCl)的质量(g)表示盐酸含量( $X_3$ )按式(3)计算:

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

其中, $P_1=1.05P$

$$P_2 = \frac{35.45cV_3}{V_0(V_2/V_1)}$$

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(36.45)与氯(Cl)的摩尔质量(35.45)的比值;

1.05——氯折算为三氯化钌的系数,即三氯化钌( $\text{RuCl}_3$ )中氯的占有量( $3\text{Cl}=106.35$ )与钌的占有量(101.07)的比值;

$P$ ——测得的试样中钌含量,g/L;

$c$ ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,mol/L;

$V_0$ ——试样量,mL;

$V_1$ ——处置稀释后样品溶液的量,mL;

$V_2$ ——从稀释样品溶液中取出用于滴定的量, mL;

$V_3$ ——消耗硝酸银标准滴定溶液的量, mL;

35.45——氯的摩尔质量, g/mol。

## 6 检验规则

6.1 产品必须经过生产单位质量检验部门检验,生产单位应保证所有的产品都符合本标准的要求,并出具质量合格证明方可出厂。

6.2 生产单位产品的采样按 GB/T 619 中规定的方式进行。

包装前,固体三氯化钨应在烘干容器内,分中心、边缘和中心至边缘三点分别采样进行检验,每个样品的质量应不少于 3g,液体样品量应不少于 50mL。

包装后,按 GB/T 619—1988 中 3.4 的规定采样,每个样品的采样量同包装前。

样品必须置于耐酸的容器内密封,做好标记。其中一部分样品用于检验,另一部分封存,封存时间应不少于三个月。

6.3 用户应以产品包装上标注的批次为准进行采样,并按 GB/T 619 的规定进行采样和验收。

6.4 按第 5 章中规定的试验方法进行检验,以三个样品检验结果的算术平均值为该批产品的检验结果。

6.5 按 GB 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合要求。

## 7 包装及标志

按 GB 15346 的规定。

### 7.1 包装

7.1.1 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。

7.1.2 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。

7.1.3 产品出厂必须附有质量证明书;内容包括该批产品的各项指标的实际检验结果。

### 7.2 产品标志

7.2.1 产品的每个包装单位上都必须粘贴标志。

7.2.2 标志上必须标明:产品名称(中文、英文)、产品标准编号、分子式和相对分子质量、质量级别、钨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、批号、生产单位名称、地址、商标。

液体三氯化钨应有 GB 190 规定的“腐蚀性物品”标志。

7.2.3 标志文字,必须印刷清楚、整齐。除生产批号、生产日期及钨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。

## 8 安全

8.1 固体三氯化钨极易吸潮,使用及接触时应避免造成污染。

8.2 液体三氯化钨属强酸性腐蚀性物品,使用及接触时应采取相应的措施。