



中华人民共和国国家标准

GB/T 43090—2023

三氯化钌

Ruthenium (III) chloride

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：贵研化学材料(云南)有限公司、中国科学院大连化学物理研究所、中海油天津化工研究设计院有限公司、贵研铂业股份有限公司、郴州高鑫材料有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司、云南省产品质量监督检验研究院、浙江微通催化新材料有限公司。

本文件主要起草人：沈善问、张万生、郭永欣、朱武勋、雷婧、潘耀晶、他德洪、刘斌、许明明、王晓东、杨裴、王金营、梁志斌、侯文明、于宁、邹展、魏青、吕春蓉、白帆。

三 氯 化 钌

警告:按 GB 12268—2012 中第 6 章的规定,本产品属第 8 类腐蚀性物质,操作时需小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,如溅到皮肤或眼睛上需立即用水冲洗,严重者需立即就医。

1 范围

本文件规定了三氯化钌的分类和标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于化工催化剂、金属阳极涂层用三氯化钌的生产与检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

YS/T 562 贵金属合金化学分析方法 铂钌合金中钌量的测定 硫脲分光光度法

YS/T 1502 钌化合物化学分析方法 铂、钯、铑、铱、金、银、铜、铁、镍、镁、锰、铅、锌、钙、钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类和标记

4.1 分类

按照产品的形态分为固体三氯化钌和三氯化钌溶液。

4.2 标记

25%三氯化钌溶液标记为:GB/T 43090-H₂RuCl₆(Y)-Ru25

20%三氯化钌溶液标记为:GB/T 43090-H₂RuCl₆(Y)-Ru20

10%三氯化钌溶液标记为:GB/T 43090-H₂RuCl₆(Y)-Ru10

固体无水三氯化钌标记为:GB/T 43090-RuCl₃(G)

固体水合三氯化钌标记为:GB/T 43090-RuCl₃·nH₂O(G)

5 分子式和相对分子质量

水合三氯化钌分子式:RuCl₃·nH₂O。

水合三氯化钌(以三水合三氯化钌计)的相对分子质量:261.46(按 2022 年国际相对原子质量)。

无水三氯化钌分子式:RuCl₃。

无水三氯化钌的相对分子质量:207.42(按 2022 年国际相对原子质量)。

6 技术要求

6.1 化学成分

6.1.1 三氯化钌溶液的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 三氯化钌溶液的化学成分

项目		指标		
		Ru25	Ru20	Ru10
Ru 质量分数(%)		≥25%	≥20%	≥10%
正丁醇不溶物质量分数(%)		≤0.30%		
杂质元素质量分数(%)	Pt	≤0.001%		
	Pd	≤0.001%		
	Rh	≤0.001%		
	Ir	≤0.001%		
	Au	≤0.005%		
	Ag	≤0.005%		
	Na	≤0.01%		
	Cu	≤0.005%		
	Mn	≤0.005%		
	Fe	≤0.005%		
	Mg	≤0.005%		
	Ni	≤0.005%		
	Ca	≤0.005%		
	Zn	≤0.005%		
	Pb	≤0.005%		
杂质元素总量		≤0.08%		

6.1.2 固体三氯化钌的化学成分应符合表 2 的规定。

表 2 固体三氯化钌的化学成分

项目		指标	
		$\text{RuCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	RuCl_3
Ru 质量分数(w)		37.0%~42.0%	47.5%~48.7%
正丁醇不溶物质量分数(w)		$\leq 0.50\%$	$\leq 0.50\%$
杂质元素质量分数(w)	Pt	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Pd	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Rh	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Ir	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Au	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Ag	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Na	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.01\%$
	Cu	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Mn	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Fe	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Mg	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Ni	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Ca	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Zn	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
	Pb	$\leq 0.005\%$	$\leq 0.01\%$
杂质元素总量		$\leq 0.1\%$	$\leq 0.1\%$

6.2 溶解试验

三氯化钌溶解试验应合格。

6.3 外观

三氯化钌溶液应为棕褐色溶液,固体三氯化钌应为黑色固体,无异物。

7 试验方法

7.1 钌含量的测定

7.1.1 硫脲分光光度法(仲裁法)

按 YS/T 562 的规定测定。

7.1.2 氢气还原重量法

按附录 A 的规定测定。

7.2 正丁醇不溶物含量的测定

按附录 B 的规定测定。

7.3 杂质元素含量的测定

杂质元素含量确定方法如下：

- a) 按 YS/T 1502 的规定测定各杂质元素的质量分数；
- b) 杂质元素总量为各杂质元素的质量分数之和。

7.4 溶解试验

在室温条件下,分别进行以下试验：

- a) 称取 1.00 g 固体三氯化钨,在 100 mL 蒸馏水中溶解,无目视可见不溶物；
- b) 称取 1.00 g 固体三氯化钨,在 100 mL 盐酸溶液(1+1)中溶解,无目视可见不溶物；
- c) 称取 0.50 g 固体三氯化钨,在 50 mL 正丁醇中溶解,无目视可见不溶物。

7.5 外观

采用目视法进行检验。

8 检验规则

8.1 检查和验收

8.1.1 产品应由供方或第三方进行检验,保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

8.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时,应以书面形式向供方提出,由供需双方协商解决。属于外观质量的异议,应在收到产品之日起 3 d 内提出;属于化学成分和溶解性能的异议,应在收到产品之日起 15 d 内提出。如需仲裁,应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

8.2 组批

生产企业采用相同原料,相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一类型、同一级别的产品为同一个批次。

8.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、溶解性试验及外观检验。

8.4 取样

8.4.1 固体产品化学成分、溶解试验的取样:同一批产品混合均匀,从不同部位取产品总量的 1%~5%,最少不小于 10 g,用四分法缩分至检验所需数量。分装于 2 个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4.2 液体产品化学成分、溶解试验的取样:按 HG/T 3921 的规定进行。

8.4.3 产品外观质量逐瓶或逐袋检验。

8.5 检验结果的判定

8.5.1 检验结果的数值修约和判定应按 GB/T 8170 的规定进行。

8.5.2 产品检验项目化学成分、溶解试验中任意一项的检验结果不合格时,则判该批产品不合格。

8.5.3 外观质量检验不合格,则判该瓶或该袋产品不合格。

9 标志、包装、运输、贮存及随行文件

9.1 标志

9.1.1 产品标志

在检验合格的产品上应注明以下内容:

- a) 供方名称,
- b) 产品名称,
- c) 批号,
- d) 净重,
- e) 生产日期。

9.1.2 包装标志

9.1.2.1 三氯化钨包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号,以及符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标签和符合 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.1.2.2 每批出厂的三氯化钨均应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9.2 包装、运输和贮存

9.2.1 产品应装入聚丙烯或聚乙烯塑料瓶中,密封。整齐放入木箱或纸箱内,用纸屑、泡沫塑料等进行填充,不应有松动现象。其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。

9.2.2 三氯化钨的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及相关标准要求。三氯化钨在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

9.2.3 三氯化钨应贮存在阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮。

9.2.4 三氯化钨应避免与易燃、易爆、有机物和其他还原性物质混贮、混运。

9.3 随行文件

每批产品应附有随行文件,其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期,还宜包括产品合格证,内容如下:

- a) 检验项目及其结果或检验结论,
- b) 批量或批号,
- c) 检验日期,
- d) 检验员签名或盖章。

10 订货单内容

需方可根据自身的需要,在订购本文件所列产品的订货单内列出如下内容:

- a) 产品名称,
- b) 规格,
- c) 批号,
- d) 净重(或件数),
- e) 本文件编号,
- f) 其他。

附 录 A
(规范性)
钨含量的测定 氢气还原重量法

A.1 方法

直接称取一定量的固体三氯化钨(或称取一定量的液体三氯化钨),在一定温度条件下烘干水分置于恒重的石英舟中,于管式还原炉中通氢气、加热还原为海绵钨,重量法测定钨的质量分数。测定范围:5.00%~45.00%。

A.2 试剂或材料

氢气(体积分数应不小于99.99%)。

A.3 设备

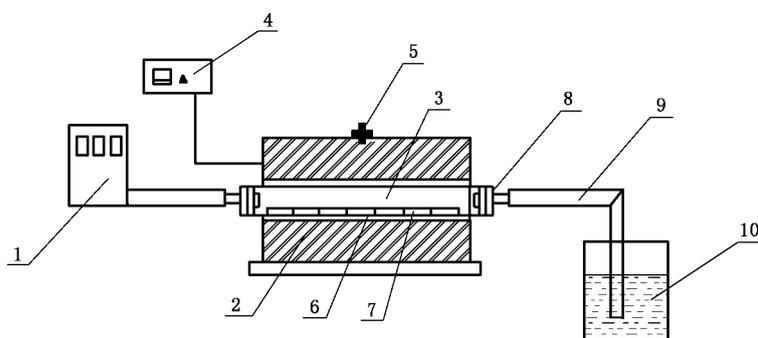
A.3.1 天平:分度值为0.000 1 g。

A.3.2 红外灯。

A.3.3 马弗炉:测量范围为室温至1 000 ℃,精度为±5 ℃。

A.3.4 电热恒温干燥箱:测量范围为室温至250 ℃,精度为±2 ℃。

A.3.5 氢气还原装置:如图A.1所示。



标引序号说明:

1——氢气发生器;

2——管式还原炉;

3——石英玻璃管;

4——电源和温控显示;

5——热电偶;

6——石英舟;

7——样品;

8——橡皮塞;

9——乳胶管;

10——鼓泡瓶(水)。

图 A.1 氢气还原装置

A.4 试验步骤

A.4.1 试料

按表 A.1 称取试样,精确至0.000 1 g。

表 A.1 取样量

钨的质量分数(w)	5.00%~10.00%	>10.00%~20.00%	>20.00%~30.00%	>30.00%~45.00%
试料取样量/g	8.00	5.00	3.00	1.00

A.4.2 平行试验

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

A.4.3 空白试验

随试料做空白试验。

A.4.4 测定

将试料(A.4.1)置于预先恒重的石英舟中,置于红外灯下烘干。取出置于马弗炉中,升温至 200 °C 恒温 1 h, 300 °C 恒温 1 h。取出置于干燥器中,冷却至室温。将石英舟置于石英玻璃管(氢气还原管)中,通入氢气(250 mL/min~350 mL/min),升温至 750 °C,恒温 1 h 至还原为海绵钨,关闭管式还原炉电源。取出石英玻璃管,继续通入氢气(250 mL/min~350 mL/min),冷却至室温。取出石英舟,置于 105 °C 电热恒温干燥箱中,烘干 0.5 h 后取出,将石英舟置于干燥器中冷却至室温,称重,直至恒重。

A.5 试验数据处理

三氧化钨中钨的质量分数(w)以百分数(%)表示,按公式(A.1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_2 ——海绵钨和石英舟的质量,单位为克(g);

m_1 ——石英舟的质量,单位为克(g);

m_0 ——石英舟的空白试验量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后 2 位有效数字。

A.6 精密度

A.6.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 A.2 采用线性内插法或外延法求得。

表 A.2 重复性限

钨的质量分数(w)	8.60%	19.27%	41.74%
重复性限(r)	0.06%	0.11%	0.18%

A.6.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,2 个测试结果的

绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表 A.3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 A.3 再现性限

钎的质量分数(w)	8.60%	19.27%	41.74%
再现性限(R)	0.09%	0.15%	0.23%

A.7 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 试样,
- 分析结果及其表示,
- 与基本分析步骤的差异,
- 测定中观察的异常现象,
- 试验日期,
- 试验人员。

附 录 B

(规范性)

正丁醇不溶物含量的测定 重量法

B.1 方法

试料经正丁醇溶解后,过滤,采用重量法测定正丁醇不溶物的含量。三氯化钨化合物中正丁醇不溶物含量的测定范围:0.10%~2.0%。

B.2 一般规定

除非另有说明,在分析中均使用分析纯的试剂和一级水。

B.3 试剂或材料

正丁醇。

B.4 设备

B.4.1 天平:分度值为 0.000 1 g。

B.4.2 电热恒温干燥箱:测量范围为室温至 250 °C,精度±2 °C。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取 2.5 g 试样,精确到 0.000 1 g。

B.5.2 平行试验

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B.5.4 测定

将试料置于 200 mL 圆底烧瓶中,加入 50 mL 正丁醇,加热,50 °C 回流 15 min,趁热用已恒重的 G4 玻璃砂芯坩埚抽滤,用约 40 °C 的正丁醇将烧瓶中的沉淀完全洗入 G4 玻璃砂芯坩埚中,并洗涤沉淀 5 次。将 G4 玻璃砂芯坩埚置于电热恒温干燥箱中于 60 °C 干燥 1 h,称重,直至恒重。

B.6 试验数据处理

正丁醇不溶物的质量分数(w)以百分数(%)表示,按公式(B.1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

m_2 ——正丁醇不溶物和坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——空白试验量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后 2 位有效数字。

B.7 精密度

B.7.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 20%。重复性限(r)按表 B.1 采用线性内插法或外延法求得。

表 B.1 重复性限

正丁醇不溶物的质量分数(τ)	<0.1%	0.1%~1%	>1%
重复性限(r)	20%	10%	5%

B.7.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,2 个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 20%。再现性限(R)按表 B.2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 B.2 再现性限

正丁醇不溶物的质量分数(τ)	<0.1%	0.1%~1%	>1%
再现性限(R)	20%	10%	5%

B.8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 试样,
 - 分析结果及其表示,
 - 与基本分析步骤的差异,
 - 测定中观察的异常现象,
 - 试验日期,
 - 试验人员。
-