

ICS 77.150.99

CCS H 68

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 598-202X

代替 YS/T 598-2006

超细二氧化钌粉

Super fine ruthenium oxide powder

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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。

本文件代替 YS/T 598-2006《超细二氧化钨粉》，与 YS/T 598-2006 相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了标准名称，由《超细水合二氧化钨粉》更改为《超细二氧化钨粉》；
- b) 修改了“化学成分”中主成分的含量，由 60%~71% 修改为 59%~76%（见 5.1，2006 版 3.1）；
- c) 将 Fe 元素修改为必测元素（见 5.1，2006 版 3.1）；
- d) 修改超细二氧化钨粉的比表面积、平均粒度、松装密度和振实密度的范围（见 5.3，2006 版 3.4）；
- e) 增加杂质含量的测定方法（见 6.1）。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：贵研铂业股份有限公司、陕西瑞科新材料股份有限公司、西安宏星电子浆料科技股份有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：王珂、李晨昊、向磊、朱武勋、李文琳、刘继松、蔡万煜、史晓妮、赵莹、罗慧、张华稳、梁兴宇、张子涵、罗云、莫建国、金娅秋、张杨、王大林。

本文件及所代替的文件的历次版本发布情况为：

- 2006 年首次发布为 YS/T 609-2006《超细水合二氧化钨粉》；
- 本次为第一次修订。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

超细二氧化钌粉

1 范围

本文件规定了超细二氧化钌粉的分类和标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随性文件和订货单内容。

本文件适用于厚膜电阻浆料或催化剂用超细二氧化钌粉。

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/T 191 包装储运图示标志

GB/T 1479.1 金属粉末松装密度的测定

GB/T 1774-2009 超细银粉

GB/T 5162 金属粉末—振实密度的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法

GB/T 23275 钌粉化学分析方法 铅、铁、镍、铝、铜、银、金、铂、铋、钨、铈、硅量的测定 辉光放电质谱法

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 产品分类

超细二氧化钌粉产品根据供货形式，分为超细水合二氧化钌粉和超细二氧化钌粉。超细二氧化钌粉为超细水合二氧化钌粉脱去结合水后所得产物。

超细水合二氧化钌粉主要用于催化剂行业，超细二氧化钌粉主要用于厚膜电阻浆料行业。

4.2 产品标记

超细水合二氧化钌粉标记为：YS/T 598-RuO₂·nH₂O。

超细二氧化钌粉标记为：YS/T 598-RuO₂。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

| 主元素质量分数 | 元素 | 质量分数 % |
|--|-----|-----------|
| | Ru | 59~76 |
| 杂质元素质量分数，不大于 | Pb | 0.001 |
| | Cd | 0.0005 |
| | Fe | 0.01 |
| | Al* | 0.01 |
| | Au* | 0.005 |
| | Pt* | 0.005 |
| | Ir* | 0.005 |
| | Ni* | 0.005 |
| | K* | 0.005 |
| | Rh* | 0.001 |
| | Pd* | 0.001 |
| | Ag* | 0.001 |
| | Cu* | 0.001 |
| 杂质元素总质量分数 ^b ，不大于 | | 0.05 |
| 注：表中标识“*”的元素为杂质元素非必测元素，若需检测，供需双方需协商并在订货单中注明。 | | |
| ^a 若需测定钾元素，测定方法需供需双方协商后在订货单中注明。 | | |
| ^b 杂质元素总质量分数不直接测定，杂质元素总质量分数包括但不限于表中所列杂质元素质量分数之和。 | | |

5.2 超细水合二氧化钌粉的含水率（结合水）

超细水合二氧化钌粉中的含水率为6%~22%。

5.3 超细二氧化钌粉的比表面积、平均粒度、松装密度和振实密度

超细二氧化钌粉的比表面积、平均粒度、松装密度和振实密度应符合表2的规定。

表2 比表面积、平均粒度、松装密度和振实密度

| 标记 | 比表面积 m ² /g | 平均粒度 μm | 松装密度 g/cm ³ | 振实密度 g/cm ³ |
|---------------------------|---------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|
| YS/T 598-RuO ₂ | 15~110 | ≤15 | 0.3~1.5 | 0.7~1.5 |

5.4 外观质量

超细水合二氧化钌粉为黑色粉末，无可见夹杂物。

超细二氧化钌粉为蓝黑色粉末，无可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 化学成分测定

6.1.1 钨元素质量分数的测定

6.1.1.1 超细二氧化钨：称取试料 0.5000g，精确到 0.0001g，按附录 A 的规定进行。

6.1.1.2 超细水合二氧化钨：称取试料 0.5000g，精确到 0.0001g，置于恒重的石英舟或瓷舟中，将其放入管式炉中，在氢气气氛下加热还原，于 $300^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 保温约 30min，再升温到 $700^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ ，保温约 60min，在氮气保护下冷却到室温，取出，按附录 A 的规定进行。

6.1.2 杂质元素质量分数的测定

产品杂质元素质量分数的测定按 GB/T 23275 的规定进行。

6.2 含水率

超细水合二氧化钨粉含水率的测定按附录 B 的规定进行。

6.3 比表面积

超细二氧化钨粉比表面积的测定按 GB/T1774-2009 附录 A 的规定进行。

6.4 平均粒度

超细二氧化钨粉平均粒度的测定按 GB/T19077.1 的规定进行。

6.5 松装密度

超细二氧化钨粉松装密度的测定按 GB/T1479.1 的规定进行。

6.6 振实密度

超细二氧化钨粉振实密度的测定按 GB/T5162 的规定进行。

6.7 外观质量

产品外观质量采用目视进行检查。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品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。

7.1.2 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 日内提出；属于产品性能的异议，应在收到产品之日起 30 日内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一批投料生产、生产工艺相同的产品组成，批重不限。

7.3 检验项目及取样

每批超细水合二氧化钨粉应进行化学成分、含水率、外观质量的检验。

每批超细二氧化钨粉应进行化学成分、比表面积、平均粒度、松装密度、振实密度、外观质量的检验。

按照表3确定浆料的检验项目和取样方法。

需方提出的特殊检验项目，由供需双方商定，并在订货单中注明。

表3 检验项目和取样方法

| 检验项目 | 取样方式 | 取样数量 | 要求的章条号 | 检验或试验方法的章条号 |
|------|--------------------|------|--------|-------------|
| 化学成分 | 取样在未包装前，搅拌均匀，随机取样。 | 0.5g | 5.1 | 6.1 |
| 含水率 | | 2g | 5.2 | 6.2 |
| 比表面积 | | 2g | 5.3 | 6.3 |
| 平均粒度 | | 2g | 5.3 | 6.4 |
| 松装密度 | | 100g | 5.3 | 6.5 |
| 振实密度 | | 100g | 5.3 | 6.6 |
| 外观质量 | 逐瓶 | | 5.4 | 6.7 |

7.4 仲裁取样的方法

需方收到的不合格批号的产品中按每批在 100 瓶以下时，随机抽取一瓶未开封的产品作为检验样品；每批产品在 100 瓶以上时，每增加 100 瓶（不足 100 瓶时以 100 瓶计）检验样品增加 1 瓶，按 7.3 进行取样检验。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

7.5.2 当化学成分、含水率及、比表面积、平均粒度、松装密度和振实密度的第一次检验结果出现不合格项目时，允许另取双倍试样进行不合格项目的检验，检验结果仍不合格时，判该批产品不合格。但重复试验不得超过一次。

7.5.3 外观不合格时，判该瓶产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 产品标志

产品用带密封盖的瓶子分装，每瓶的重量最多 1000g。每瓶均应有如下标志：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品牌号；
- d) 产品批号；
- e) 产品净重量；
- f) 瓶重；
- g) 生产日期；

8.1.2 包装标志

产品的包装箱标志应符合 GB/T 191 的规定。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 检验合格的产品用带密封盖的塑料瓶分装，瓶口加密封带。装入结实牢固的包装箱中，包装瓶四

周填充安全物质。

8.2.2 运输过程中应避免污染和机械破损。

8.2.3 产品应密封存放于清洁、干燥、无腐蚀性气氛的场所。

8.3 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外，还宜包括：

a) 产品检验报告单；

- 检验项目及其结果或检验结论；
- 批量或批号；
- 检验日期；
- 检验员签名或盖章。
- 公司或机构盖章。

b) 其他。

9 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) 产品牌号；

c) 产品主要技术指标；

d) 产品净重量；

e) 产品对应的标准编号；

f) 包装形式及要求；

g) 运输方式；

h) 供需双方协商内容；

i) 其他。

附录 A

(规范性)

钇量的测定

A.1 方法提要

本附录描述了超细二氧化钇粉中钇含量的测定方法，其中超细二氧化钇粉的溶解程序可参照本附录或按照供需双方商定的方法进行制备，要求超细二氧化钇粉溶解完全，溶解液均匀、透亮，才可进行检测。

试样用封管氯化法溶解，以硫脲分光光度法测定钇。

A.2 试剂

A.2.1 盐酸(ρ 1.18 g/mL)。

A.2.2 过氧化氢(30%)。

A.2.3 硫脲(10%)，用时现配。

A.2.4 盐酸-乙醇混合溶液：等体积的盐酸(A.2.1)与98%乙醇相混合。

A.2.5 钇标准贮备溶液(0.5g/L)：称取0.125g钇粉(纯度99.9%)置于玻璃封管中，加8mL盐酸(A.2.1)、1mL过氧化氢(A.2.2)，封管后放于特制的钢管中，在250℃溶解24h，开管后转入250mL容量瓶内，加25mL盐酸(A.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.50mg钇。

A.2.6 钇标准工作溶液(0.1g/L)：吸取50.00mL钇标准溶液(A.2.5)于250mL容量瓶内，加20mL盐酸(A.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.10mg钇。

A.3 分析步骤

A.3.1. 吸光度测量

称取0.0100g试样置于封管中，加8mL盐酸(A.2.1)、1mL过氧化氢(A.2.2)，封管后于140℃溶解，开管后转入100mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀。分取5.00mL溶液于50mL容量瓶中，加10mL盐酸(A.2.1)，用水稀释至体积为20mL，加20mL盐酸-乙醇混合溶液(A.2.5)、5mL硫脲溶液(A.2.3)，混匀后，于80℃~85℃水浴上加热10min，取出在冷水中冷却至室温，用盐酸-乙醇混合溶液(A.2.4)稀释至刻度，混匀。用1.00cm液槽，于分光光计波长620nm处，以空白试样作参比溶液，测量吸光度A。

A.3.2. 标准工作曲线的绘制

吸取1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL钇标准溶液(A.2.6)分别置于6个50mL容量瓶内，加10mL盐酸(A.2.1)，按A.3.1步骤进行显色及测量吸光度A，以水作参比溶液，以1g(1/A)值作纵坐标，钇的量作横坐标，绘制标准工作曲线。计算出截距(a)、斜率(b)和线性相关系数(R^2)。 $R^2 \geq 0.999$ 时，则继续进行空白溶液及分析试液的测试，否则重新检测校准曲线。

A.3.3. 钇含量的结果计算

超细二氧化钇粉中钇的百分含量以 w_{Ru1} 表示，按式(A.1)计算；超细水合二氧化钇粉中钇的百分

含量以 w_{Ru2} 表示，按式(A.2)计算：

$$w_{Ru1} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

$$w_{Ru2} = \frac{m_1}{m_2} \times (1 - w_w) \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

w_{Ru1} ——超细二氧化钌粉中钌的含量，单位为（%）；

w_{Ru2} ——超细水合二氧化钌粉中钌的含量，单位为（%）；

w_w ——超细水合二氧化钌粉的含水率，单位为（%）；

m_1 ——试液吸光度在标准曲线上查得的钌量，单位为毫克（mg）；

m_2 ——所分取的试样重量，单位为毫克（mg）。

附录 B

(规范性)

超细水合二氧化钨粉含水率(结合水)的测定

超细水合二氧化钨粉的含水率用重量法测定。

准确称取试样 2g, 精确至 0.0001g, 置于质量为 w_3 的石英舟或瓷坩埚中, 此时石英舟或瓷坩埚和试样总质量记为 w_4 。将石英舟或瓷坩埚和试样一同置于马弗炉中, 随炉升温到 500℃, 保温 2h, 取出置于保干器内冷却到室温, 在分析天平上准确称量, 此时石英舟或瓷坩埚和试样总质量记为 w_5 。

超细水合二氧化钨粉的含水率以 w_w 表示, 可通过式 (B.1) 计算:

$$w_w = \frac{m_5 - m_3}{m_4 - m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_w ——超细水合二氧化钨粉的含水率, 单位为 (%);

m_3 ——石英舟或瓷坩埚质量, 单位为克 (g);

m_4 ——灼烧前石英舟或瓷坩埚和试样总质量, 单位为克 (g);

m_5 ——灼烧后石英舟或瓷坩埚和试样的总质量, 单位为克 (g)。