**醋酸钌行业标准**

**编制说明**

1. **工作简况**

**1.任务来源**

**1.1计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限、项目名称更改说明、 编制组成员（单位）**

根据2019年10月21日，全国有色金属标准化技术委员会《关于转发2019年第二批有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知》（有色标委[2019]）73号）的要求，有色金属行业标准《醋酸钌》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，项目计划编号：工信厅科函(2019) 126号 2019-0192T-YS，项目周期为24个月，完成年限为2019年10月至2021年10月，标准起草单位为：贵研铂业股份有限公司、昆明贵金属研究所。其它编制组单位为：西安凯立新材料股份有限公司、江西汉氏贵金属有限公司、西安瑞鑫科金属材料有限责任公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司。

**1.2项目编制组单位变化情况**

编制过程中项目编制组单位无变化。

**2.主要参加单位和工作成员及其所做的工作**

**2.1 主要参加单位情况**

标准起草单位贵研铂业股份有限公司是由中国唯一从事贵金属多学科领域综合性研究开发机构昆明贵金属研究所发起成立的高新技术企业，于2003年在上海证券交易所上市。公司以标准引领行业发展，持续保持贵金属领域标准制(修)订的优势地位。截至2017年末，主持和参与制订、修订国家标准72项、国家军用标准20项、行业标准114项，具备良好的工作基础。该产品生产部门环境材料事业部，主要从事铂族金属基础化合物、催化剂前驱体化合物、均相催化剂的生产及研发工作，是目前我国铂族金属化合物的主要生产基地，产品用户遍布全国各行各业上百家企业。

贵研铂业股份有限公司在标准起草任务落实后，积极组织相关人员查阅和检索国内外有关该产品的技术标准和资料，同时开展对用户的走访调研工作，收集现场实测数据，征求客户使用意见，确定厂家对产品的性能要求及杂质含量允许范围，组织公司分析检测部门进行相关技术指标的检测分析研究工作，制定科学可靠的检测方法，最后在结合生产实际的基础上完成了本标准草案的编制工作。

其它编制组单位为标准的编制提供了一些有益的建议，为标准技术要求部分提供了有力保障。

**2.2标准起草主要工作成员所负责的工作情况**

标准主要起草人均为高级工程师，且长期从事贵金属化合物的研发及生产工作，先后参与制定了贵金属化合物产品的国家标准或行业标准十余项，曾获中国有色金属行业协会的多项标准奖励，经验丰富，实践能力强。标准起草人及工作职责见表一。

表一 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 沈善问 余娟 常桥稳 | 主要负责人，负责标准的编写、试验方案确定及组织协调工作。 |
| 沈善问 常桥稳 雷怀东 | 技术指导及客户调研工作 |
| 雷怀东 | 客户调研工作 |
| 陈洪来、 | 产品生产及试验数据积累 |
| 姜婧  | 产品分析检测方法研究 |
| 左川 侯文明 朱武勋 | 组织协调工作 |

**3.主要工作过程**

**3.1 预研阶段**

2018年2月，由全国有色金属标准化技术委员会发函组织标准编制组相关单位，奔赴贵研铂业股份有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、江西汉氏贵金属有限公司、西安瑞鑫科金属材料有限责任公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司等单位进行了第一次现场调研，具体内容为：了解醋酸钌的生产及应用情况，与企业技术人员深入讨论技术标准的具体技术要求，参观企业现场工作清况，根据此次调研情况，由主编单位整理并修订形成标准讨论稿。

**3.2 立项阶段**

2018年2月，贵研铂业股份有限公司向全体委员会议提交了《醋酸钌》标准项目建议书、 标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意行业标准制定立项。

2018年4月，全国有色金属标准化技术委员下达了制定《醋酸钌》行业标准的任务，计划号为2019-0191T-YS，项目周期为24个月，完成年限为2019年9月至2021年9月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

**3.3起草阶段**

**3. 1召开标准进度汇报及进度协调会**

2019年10月，在山东泰安召开了《醋酸钌》有色金属行业标准制定任务落实会，根据与会专家及企业代表认真研究和讨论，确定了标准制定的主要参于单位为贵研铂业股份有限公司。其它编制组单位为：西安凯立新材料股份有限公司、江西汉氏贵金属有限公司、西安瑞鑫科金属材料有限责任公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司。

根据此次会议精神，贵研铂业股份有限公司公司于2019年11月组织相关技术人员组成了《醋酸钌》标准制定起草小组，主要进行如下工作：标准起草成员深入生产现场调研生产工艺、设备、检验工艺过程，了解产品性能，建立本技术标准的技术依据。同时组织人员查阅和检索国内外有关该产品技术标准和资料，开展对用户的走访调研工作，确定了不同厂家对杂质元素的要求及杂质含量允许的范围，相关技术指标见表二:

表二 不同使用厂家技术要求

|  |  |
| --- | --- |
| 指标项目 | 技术指标 |
| A用户 | B用户 | C用户 | D用户 | E用户 |
| Ir | 4.7～5.5%Wt% | 8.5±0.5%Wt% | 5-5.5%Wt% | 5±0.5%Wt% | >5%Wt% |
| Ag | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% |
| Au | <0.005% Wt% | / | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005%  Wt% |
| Pt | <0.01% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.003% Wt% | <0.005%  Wt% |
| Rh | <0.005% Wt% | / | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | / |
| Ir | <0.005% Wt% | <0.003% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | / |
| Pb | <0.0005% Wt% | <0.002% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.002%  Wt% |
| Ni | <0.005% Wt% | <0.01% Wt% | <0.002% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005%  Wt% |
| Cu | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005%  Wt% |
| Fe | <0.002% Wt% | / | <0.002% Wt% | <0.01%  Wt% | <0.005% Wt% |
| Al | <0.002% Wt% | <0.002% Wt% | <0.001% Wt% | <0.005% Wt% | <0.005%  Wt% |
| Ca | <0.002% Wt% | <0.005% Wt% | <0.002% Wt% | <0.01%  Wt% | <0.005% Wt% |
| Na | <0.002% Wt% | <0.005% Wt% | <0.002% Wt% | <0.01%  Wt% | <0.005% Wt% |
| K | <0.002% Wt% | <0.005% Wt% | <0.002% Wt% | <0.01%  Wt% | <0.005% Wt% |
| 外观 | 墨绿色溶液 | 墨绿色溶液 | 墨绿色溶液 | 墨绿色溶液 | 墨绿色溶液 |
| 水溶解性 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 |

《醋酸钌》标准的制定依据主要来自于对相关应用企业的调研，并征求了使用企业的意见，作为建立本技术标准的依据，同时也考虑了国内厂家生产实际和分析水平等情况。

**二、标准编制原则**

本标准起草单位自接受起草任务后，成立了标准编制工作组负责收集整理相关资料、市场需求及客户要求等信息，同时结合国家大政方针政策，未来发展趋势，本着科学发展、可持续发展的原则，坚决贯彻以人为本、绿色环保的精神，以严谨、科学的态度对本标准制定进行了反复的讨论、修改，使之不断完善。《醋酸钌》标准制定所遵循的基本原则：

1、充分满足市场要求的原则；

2、划繁就简的原则；

3、经济合理的原则；

4、有利于创新发展并与国际接轨的原则。

**三、标准主要内容的确定依据 及主要试验和验证情况分析**

**1．本标准主要内容的确定依据**

1.1 查阅相关标准和国内外客户的相关技术要求；

1.2 根据国内醋酸钌生产厂家及使用企业的具体情况，力求做到标准的合理性与实用性；

1.3 根据技术发展水平及测试数据确定技术指标取值范围；

1.4 完全按照GB/T 1.1-2020和GB/T 20001.10-2014产品标准的要求进行格式和结构编写。

**2. 标准主要试验和验证情况**

根据调研情况及样品检测，市场上不同生产厂家生产的醋酸钌技术指标检测结果见表三。

表三 不同生产厂家指标检验结果

|  |  |
| --- | --- |
| 指标项目 | 检验结果 |
| A厂家 | B厂家 | C厂家 |
| Pd | 31.5～32.37%Wt% | 32.0±0.2%Wt% | >32.0%Wt% |
| Ag | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Au | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| P | 0.001%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Rh | 0.0013%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Ir | <0.0005%Wt% | 0.0015%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Pb | <0.0005% Wt% | <0.0006%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Ni | <0.0005% Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Cu | <0.0005% Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Fe | 0.0015%Wt% | <0.0005%Wt% | 0.0014%Wt% |
| Al | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| Cr | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% | <0.0005%Wt% |
| 水溶解性 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 | 无目视可见不溶物 |

醋酸钌的化学式为[Ir3(O)(OAc)6(H2O)3]Oac，醋酸钌产品通常为溶液，溶液中通常含铱量为4-10%，根据客户的使用要求（参照表二）及各厂家实际生产的情况(参照表三)，最终确定铂质量分数为4-10%。

杂质元素的确定基于以下原则，一是原料或生产过程中引入元素，包括设备接触到的材料所引入的元素；二是在产品使用过程中需要控制的杂质元素；三是常见易沾污的元素。在结合客户的使用要求（参照表二）及各厂家实际生产的情况(参照表三)基础上确定了杂质元素质量分数的规定如下表。

表四：杂质元素质量分数

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Ag | Au | Pd | Rh | Ru | Pb | Ni | Cu | Fe | Al | Cr |
| 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0.001 |

考虑到产品在去离子水中的溶解试验可作为鉴定产品性能的指标之一，故对产品的溶解试验的要求也作出了相应的规定。本产品外观应为应为墨绿色溶液。金属铱质量分数的测定按GB/T34499.1─2017的规定进行。

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准不涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益等情况**

**5.1 项目的必要性简述**

随着煤化工的发展，新型，高效的催化剂可以大幅降低醋酸合成的成本，简化合成工艺，，新型不含氯、硝酸根，卤素的水溶性贵金属催化剂成为了近年来研究开发的热点。醋酸钌作为一种很好满足上述要求的新型催化剂，随着近年来应用领域日益广泛以及应用水平的发展进步，对其质量要求也越来越高，为更好满足产品使用要求，规范生产，保证质量，促进行业进步，尽快制定此产品标准显得极为重要。醋酸钌行业标准所涉及的性能指标、试验方法等关键技术内容的确定，将有利于促进醋酸钌生产企业对工艺装备、技术水平、试验检测及质量管理等方面的升级发展，有利于减少企业用于产品开发、性能表征技术的研发投入和重复劳动，降低醋酸钌应用开发成本，拓展醋酸钌的应用领域，促进企业提高质量效益。随着醋酸钌应用领域的日益广泛以及技术水平的不断发展进步，应用厂家对醋酸钌的质量要求也越来越高，为更好满足产品使用要求，建立醋酸钌的技术指标是很有必要的。

制定后的产品标准各项内容科学合理，具可操作性。通过醋酸钌标准的制定并实施，可促进醋酸钌在载体催化剂制备行业中应用水平的提升，同时对提高产品质量，促进醋酸钌生产行业技术进步具有重要意义，必将产生巨大的经济效益和社会效益。

**5.2 项目的可行性简述**

贵研铂业股份有限公司成立于2000年，是集贵金属系列功能材料研发、制造、销售于一体的高新技术企业。贵研铂业环境材料事业部主要从事铂族金属基础化合物、催化剂前驱体化合物、均相催化剂的生产和市场营销工作，有各类工程技术和管理人员100余人，是我国目前铂族金属化合物的主要生产基地，产品用户遍布全国各行各业上百家企业。

贵研铂业环境材料事业部近年来积极研究开发，逐步掌握了多种新型催化剂的生产制备技术，推向市场的醋酸钌等产品已被部分厂家使用，效果良好。相关研发技术人员近年来对醋酸钌的生产工艺研究较为深入，解决了一系列合成难点，明确了保证产品质量的关键工艺控制点，合成工艺成熟，产品质量稳定，已建立完整生产线，能进行大批量生产，且制定了该产品的作业指导书，规定了内控标准，相关项目检测方法及手段较为成熟，为后续标准的制定及实施提供了坚实的技术保障，且可提供必要的经费支持。

现阶段国内采用醋酸钌为催化剂合成醋酸的厂家已经采用醋酸钌来替代原有的铑催化剂，且取得良好效果，市场需求量不断增加，但不同的厂家对醋酸钌的技术指标要求不尽相同，标准不一，故对产品生产厂家而言存在一定的困扰。产品现有的生产技术水平及分析检测技术的进步为标准的制定可行性提供了支撑。

**5.3 标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益**

目前国内外对醋酸钌的合成及应用已有一定程度的研究，但到目前为止并未检索到公开的有关醋酸钌的产品技术标准。本标准所规定的技术指标均优于不同客户对本产品的技术指标要求（参见表二），同时化学成分的试验方法规定中体现了相关检测技术的的最新发展水平，本标准所规定的其它项目如检验规则及标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单（或合同）内容也能最大限度保护生产及使用厂家的利益。不同生产厂家指标项目实测值（参见表三）基本符合本标准的规定，说明本标准的制定是符合生产实际的。

本标准制订的各项指标均能满足国内外大多数生产厂家实际生产情况，又能满足使用厂家的要求。本标准文字简练、条理清晰，制订的各项指标合理、先进，具有实用性、可操作性，能够满足生产和使用需要，确定该标准指标水平为总体国内先进水平。

本标准规定的产品在煤化工制备醋酸行业具有较大优势，如传统的碘化铑等在催化剂中残留的氯离子严重影响催化活性与寿命，还会腐蚀设备，现阶段主要采用碘化铑等，这一体系目前为合成气制备醋酸的催化剂的主流体系，生产技术较为成熟，碘化铑体系系贵金属催化剂虽较氯化物体系性能更为优异，但还是存在如下缺陷：溶液体系酸性较强，对设备材料存在一定破坏性，影响催化性能，且生产过程会产生催化剂中毒，醋酸钌可溶于水，溶液体系为弱有机酸性，对设备腐蚀性小，且不含易使催化剂中毒的氯、硫、磷等元素，生产过程产生污染物少，有利环保，是较为理想催化剂。

制定本产品的行业标准，规范产品技术要求，有利于用户了解产品规格、性能等技术指标，从而正确使用产品，对于醋酸钌在载体催化剂行业推广应用具有重大意义，同时也也有利于规范市场，提高产品竞争力。通过醋酸钌标准的制定并实施，将进一步促进醋酸钌在化学化工行业尤其在载体催化剂制备行业中的应用，同时对提高产品质量，促进醋酸钌生产行业技术进步具有重要意义，必将产生巨大的经济效益和社会效益。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

 无采用国际标准和国外先进标准的情况。

**七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况**

本标准完全满足现行国家法规的要求，标准格式规范。本标准属于醋酸钌专业基础标准，没有现行的法律、法规、规章制度等对其要求，本领域没有强制性标准。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

本标准属于有色金属领域专业基础标准，编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

**九、标准性质的建议说明**

建议该标准为推荐性有色金属行业产品标准。

**十、贯彻标准的要求和建议措施**

本标准全面覆盖了醋酸钌的一般要求，建议相关单位组织专项标准宣贯会进行系统的学习与贯彻实施。

本标准属于行业基础标准，对醋酸钌产品的一般要求进行了约定，对特殊行业用醋酸钌有特殊要求时，建议供需双方在本标准基础上对特殊要求在订货合同中进行详细的约定或起草专项技术协议。

**十一、废止现行相关标准的建议**

无相关现行标准。

**十二、其他应予说明的事项**

本标准在申报、立项和起草过程中，得到了全国有色金属标准化技术委员会和其他相关单位的支持、指导和帮助，在此特表示真诚的感谢！标准起草过程也是我们学习的过程，由于条件所限应细致深入的工作未能进行，还存有许多缺憾。请与会专家代表多多赐教，好的经验、办法、建议我们一定采纳学习，以便使本标准更加完善。

**十三、参考资料清单**

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 562-2009 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 XXXX-XXXX 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

 贵研铂业股份有限公司

《醋酸钌》行业标准起草小组

2020年9月