

ICS 71. 100. 99  
G 74; G 75

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5584~5587—2019

---

对苯二甲酸加氢精制催化剂、  
钨基氨合成催化剂活性试验方法、  
负载型氨合成催化剂化学成分分析方法  
和加氢合成芳胺用催化剂  
化学成分分析方法  
(2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5584—2019	对苯二甲酸加氢精制催化剂 .....	( 1 )
HG/T 5585—2019	钨基氨合成催化剂活性试验方法 .....	(13)
HG/T 5586—2019	负载型氨合成催化剂化学成分分析方法 .....	(25)
HG/T 5587—2019	加氢合成芳胺用催化剂化学成分分析方法 .....	(35)

ICS 71. 100. 99  
G 75

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5584—2019

---

### 对苯二甲酸加氢精制催化剂

Terephthalic acid hydrotreating catalysts

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院、中国石化催化剂有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：畅延青、刘燕、李建、朱庆才、黄新、高武、曾利辉、史志刚、程杰、邱爱玲。

## 对苯二甲酸加氢精制催化剂

### 1 范围

本标准规定了对苯二甲酸加氢精制催化剂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以活性炭为载体、以钨为主要活性组分的对苯二甲酸加氢精制催化剂。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 7702.1 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定

GB/T 7702.2 煤质颗粒活性炭试验方法 粒度的测定

GB/T 7702.20 煤质颗粒活性炭试验方法 孔容和比表面积的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 2976 化肥催化剂磨耗率的测定

HG/T 4858 精制对苯二甲酸用钨碳催化剂化学成分分析方法

HG/T 5579 对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法

### 3 要求

对苯二甲酸加氢精制催化剂的技术要求应符合表1的规定。

表 1 对苯二甲酸加氢精制催化剂的技术要求

项 目	指 标
外观	黑色、片状颗粒
含水率/%	40±5
比表面积/(m <sup>2</sup> /g)	1 000~1 300
粒度 (2.36 mm~4.75 mm) 质量分数/%	≥ 95
堆积密度/(g/mL)	0.45~0.52
磨损率/%	≤ 1.50
钯质量分数/%	0.50±0.03
铜质量分数×10 <sup>6</sup>	≤ 40
铁质量分数×10 <sup>6</sup>	≤ 200
硫质量分数×10 <sup>6</sup>	≤ 300
活性 (以对羧基苯甲醛转化率计) /%	≥ 99.2

#### 4 试验方法

##### 4.1 外观

将试样装于清洁、干燥的玻璃容器中，在自然光或日光灯照射下，用目视法测定。

##### 4.2 含水率的测定

按 GB/T 7702.1 的规定。

##### 4.3 比表面积的测定

按 GB/T 7702.20 的规定。

##### 4.4 粒度质量分数的测定

按 GB/T 7702.2 的规定。

##### 4.5 堆积密度的测定

按附录 A 的规定。

##### 4.6 磨损率的测定

按 HG/T 2976 的规定。

##### 4.7 钯、铜、铁、硫质量分数的测定

按 HG/T 4858、附录 B 的规定，其中附录 B.1 的测定方法为仲裁法。

##### 4.8 活性的测定

按 HG/T 5579 的规定。

## 5 检验规则

### 5.1 检验项目

本标准表 1 中的所有项目为出厂检验项目

### 5.2 组批

按批检验产品，以 1 t（干基）产品为一批。

### 5.3 采样

按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。采样单元数按 GB/T 6678 的规定，采样总量不少于 4 kg。样品经四分法逐级缩分至 1 kg 后分装于两个清洁的采样瓶中，贴上标签，注明产品名称、牌号、批号或生产日期、采样日期、采样地点和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

### 5.4 判定规则

质量检验部门按本标准进行检验，检验结果的判定按照 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。产品经检验符合本标准表 1 的规定，则判定本批产品合格。

### 5.5 复验规则

检验结果如有一项或一项以上指标不符合本标准要求，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复验，复验结果仍不符合本标准要求时，则该批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

产品包装上应有明显、牢固的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、批号或生产日期、商标、牌号、含水率、净重、标准编号和符合 GB/T 191 规定的标志。

### 6.2 包装

产品采用清洁、内衬干净塑料袋的桶包装。

### 6.3 运输

6.3.1 产品搬运时应注意轻装、轻卸，防止包装桶变形和破损。

6.3.2 产品运输时应避免剧烈震动，以防止催化剂破碎。运输车辆必须有保温措施，温度不低于 4℃。

### 6.4 贮存

产品贮存于阴凉、干燥的仓库内，仓库温度不低于 4℃。

附 录 A  
(规范性附录)  
催化剂堆积密度的测定

A.1 试样的堆积

将 150 g±20 g 试样置于电热鼓风干燥箱中，在 120℃±2℃下干燥 6 h，然后置于干燥器中冷却至室温。再将试样分成若干份，依次加入到内径为 29.5 mm±0.3 mm、容积为 100 mL 的量筒内，每加一次均需将量筒在垫有胶皮板的桌面上倾斜 45°角上下振动若干次，直至试样在量筒内的位置不变为振实，反复操作，直至振实的试样量为 100 mL。

A.2 试样的称量

称量振实的 100 mL 试样（见 A.1）的质量，精确至 0.01 g。

A.3 堆积密度的计算

堆积密度  $\rho$ ，数值以克每毫升（g/mL）表示，按公式（A.1）计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$m_2$ ——100 mL 量筒和 100 mL 试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——100 mL 量筒的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——试样的体积的数值，单位为毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于测定值的算术平均值的 2%。



**附 录 B**  
**(规范性附录)**

**钡、铜、铁、硫质量分数的测定**

**B.1 电感耦合等离子体发射光谱法**

**B.1.1 方法概要**

用强酸消化催化剂试样，配制成酸性试样溶液，将溶液雾化后引入电感耦合等离子体发射光谱仪，测定样品中钡、铜、铁、硫元素的发射谱线强度，采用外标工作曲线法定量。

**B.1.2 试剂**

**B.1.2.1 高氯酸：**优级纯。

**B.1.2.2 硝酸：**优级纯。

**B.1.2.3 钡标准溶液：**1.000 mg/mL。

**B.1.2.4 铜标准溶液：**1.000 mg/mL。

**B.1.2.5 铁标准溶液：**1.000 mg/mL。

**B.1.2.6 硫标准溶液：**0.100 mg/mL。

**B.1.3 仪器设备**

电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)。

**B.1.4 样品**

**B.1.4.1 实验室样品**

按 5.3 的规定。

**B.1.4.2 试样**

取 10 g 实验室样品，用样品粉碎机粉碎。置于电热鼓风干燥箱中，在  $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥 6 h。然后置于干燥器中，冷却至室温。

**B.1.4.3 试料**

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 100 mL 玻璃烧杯中，加少量（约 2 mL）去离子水润湿。在通风橱内继续加入 3.0 mL 高氯酸、5.0 mL 硝酸，盖上表面皿，在电热板上缓慢加热至微沸状态，直至样品完全溶解，呈透明状。冷却至室温后，补加约 3.0 mL 硝酸，转移到 100 mL 容量瓶中，以去离子水定容，摇匀。

**B.1.5 试验步骤**

**B.1.5.1 标准工作曲线的绘制**

**B.1.5.1.1** 取 6 个 100 mL 容量瓶，1 个作为空白，其他 5 个分别加入钡、铜、铁、硫标准溶液，配

制成表 B.1 的系列浓度的混合标准溶液。在每个容量瓶中各加入 5.0 mL 硝酸，用去离子水稀释至刻度，摇匀。

表 B.1 钯、铜、铁、硫系列浓度的标准溶液

元素	浓度/( $\mu\text{g/mL}$ )				
Pd	0.1	0.5	1	10	20
Cu	0.01	0.05	0.25	1	5
Fe	0.01	0.05	0.25	1	5
S	0.1	0.25	0.5	2.5	5

**B.1.5.1.2** 按照仪器操作规程，预热仪器，以氩气吹扫仪器使其稳定，设置方法参数，于表 B.2 中推荐使用的各元素分析谱线波长分别测定钯、铜、铁、硫标准系列溶液中各元素分析线的信号强度。以上述标准系列溶液的浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 为横坐标、对应元素分析线的信号强度值为纵坐标，绘制标准工作曲线。

表 B.2 各元素分析谱线波长

元素	波长/nm
Pd	340.4
Cu	327.3
Fe	238.2
S	182.0

### B.1.5.2 测定

按 B.1.5.1.2 的步骤测定各元素分析线的信号强度，从标准工作曲线上查出各元素的浓度。

### B.1.6 试验数据处理

各元素的质量分数  $w$ ，按公式 (B.1) 计算：

$$w = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

$c$ ——从工作曲线上查得的相应元素的浓度的数值，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合表 B.3 的规定。

表 B.3 各元素平行测定结果的绝对差值

元素	绝对差值/%
Pd	$\leq 0.03$
Cu	$\leq 0.001$
Fe	$\leq 0.003$
S	$\leq 0.005$

## B.2 X 射线荧光光谱法

### B.2.1 方法概要

按一定比例将试样和黏合剂混合，研磨，然后压制成测试样品，用 X 射线荧光光谱仪分别测定钡  $K\alpha$ 、铜  $K\alpha$ 、铁  $K\alpha$ 、硫  $K\alpha$  处的射线强度，与标准样品对照比较，根据标准工作曲线得到试样中的钡、铜、铁、硫含量。

### B.2.2 试剂和材料

B.2.2.1 石蜡：光谱纯。

B.2.2.2 石墨粉：光谱纯。

B.2.2.3 钡标准溶液：1.000 mg/mL。

B.2.2.4 铜标准溶液：1.000 mg/mL。

B.2.2.5 铁标准溶液：1.000 mg/mL。

B.2.2.6 硫标准溶液：0.100 mg/mL。

### B.2.3 仪器设备

B.2.3.1 X 射线荧光光谱仪。

B.2.3.2 铈靶侧窗 X 射线管：管电压 60 kV，管电流 50 mA；真空光路。LIF (200) 晶体用于测量钡  $K\alpha$ 、铜  $K\alpha$  和铁  $K\alpha$ ，用闪烁计数器测定谱线强度；Ge 晶体用于测量硫  $K\alpha$ ，用流气式正比计数（体积分数为 90% 氩气和体积分数为 10% 甲烷的混合气体）测定谱线强度。

### B.2.4 样品

#### B.2.4.1 实验室样品

按 5.3 的规定。

#### B.2.4.2 试样

取 10 g 实验室样品，在样品粉碎机中破碎研细，用 45  $\mu\text{m}$  试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取筛下物，置于电热鼓风干燥箱中，在 120  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  下干燥 6 h。然后置于干燥器中，冷却至室温。

#### B.2.4.3 试料

称取 3.000 g 试样（精确至 0.000 1 g），按质量 1 : 2 配比分别放入石蜡，在电热板上加热熔融。搅拌冷却，再将样品粉碎。然后准确称取 7.500 g，装入模具，用 100 kN 压力压制成直径 38 mm、厚 5.5 mm 的待测样品。模具底部用低压聚乙烯薄膜垫底衬边，保证样品表面光滑、干净。

### B.2.5 试验步骤

#### B.2.5.1 校准样品的制备

称取 3.000 g（精确至 0.000 1 g）烘干后的活性炭粉末（粒度小于 45  $\mu\text{m}$ ），分别置于 5 个

100 mL 烧杯中。在每个烧杯中各加入一定量的钯标准溶液，配制成钯质量分数为 0.100%~0.600% 的 5 个标准样品。然后把烧杯置于烘箱中，在 120℃ 下烘 6 h。取出，放入干燥器内，冷却至室温。称重（精确至 0.000 1 g），计算出钯的准确质量分数。

称取 3.000 g（精确至 0.000 1 g）石墨粉，分别置于 5 个 100 mL 烧杯中。在每个烧杯中各加入一定量的铜标准溶液、铁标准溶液、硫标准溶液，配制成铜质量分数为 0 μg/g~50 μg/g、铁质量分数为 0 μg/g~300 μg/g、硫质量分数为 0 μg/g~500 μg/g 的 5 个混合标准样品。然后把烧杯置于烘箱中，在 120℃ 下烘 6 h。取出，放入干燥器内，冷却至室温。称重（精确至 0.000 1 g），计算出铜、铁、硫的准确质量分数。

将上述各标准样品按质量 1:2 配比分别放入石蜡，在电热板上加热熔融。搅拌冷却，再将标准样品粉碎。然后准确称取 7.500 g，装入模具，用 100 kN 压力压制成直径 38 mm、厚 5.5 mm 的待测样品。模具底部用低压聚乙烯薄膜垫底衬边，保证样品表面光滑、干净。

#### B.2.5.2 标准工作曲线的绘制

将 X 射线荧光光谱仪预热，打开真空泵抽真空，测试时使用真空光路，调节 X-光管电压到 20 kV、管电流 5 mA，使其稳定，选择方法测定标准样品模块中的钯、铜、铁、硫的谱线强度。

以未加入石蜡的活性炭中的钯质量分数为横坐标、对应的钯的谱线强度为纵坐标，绘制钯的标准工作曲线。

以未加入石蜡的石墨中的铜、铁、硫质量分数为横坐标，对应的铜、铁、硫的谱线强度为纵坐标，分别绘制铜、铁、硫的标准工作曲线。

#### B.2.5.3 样品测定

待测样品按照 B.2.4.3 制备好后，按照 B.2.5.2 的步骤测定各元素的谱线强度，根据标准工作曲线得出样品中钯、铜、铁、硫质量分数。

#### B.2.6 试验数据处理

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合表 B.3 的规定。