



中华人民共和国国家标准

GB/T 23518—2020
代替 GB/T 23518—2009

钯 炭

Palladium on carbon catalyst

2020-09-29 发布

2021-08-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23518—2009《钯炭》。与 GB/T 23518—2009 相比,主要技术变化如下:

- 增加载体炭材料种类:炭黑、介孔碳、碳纳米管、碳分子筛(见第 3 章、5.3);
- 删除原标准中对灰分的要求(见 2009 年版的 4.4、5.3);
- 增加了钯炭催化性能的要求(见 5.3、6.2);
- 含水量的测试过程中干燥温度由 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 变为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,含水量亦可采用水分测定仪进行测量。(见 6.4,2009 年版的 5.5)

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:贵研铂业股份有限公司、贵研工业催化剂(云南)有限公司、陕西瑞科新材料股份有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、有色金属技术经济研究院。

本标准主要起草人:戴云生、唐春、安霓虹、王红琴、潘再富、王淑英、沈亚峰、张峰、尹昭锦、杨善晓、董继龙、马媛、甘建壮、方卫、周淑雁、史晓妮、李岳锋、张鹏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 23518—2009。



钯 炭

1 范围

本标准规定了钯炭的分类与标记、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、质量证明书和订货单(或合同)内容。

本标准适用于精细化工、制药和其他加氢还原过程用的钯炭。

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 10722 炭黑 总表面积和外表面积测定 氮吸附法

YS/T 1072 钯炭化学分析方法 钯量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

YS/T 1073 钯炭化学分析方法 铅、铜、铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

钯炭 palladium on carbon catalyst

钯均匀分布在炭材料表面上的混合物。

注:炭材料包括活性炭、炭黑、介孔碳、碳纳米管、碳分子筛。

4 分类与标记

按产品中钯质量分数和炭的种类进行分类。

标记:质量分数(%)-Pd /C-炭种类

示例:

Pd 质量分数(%)为 3%,载体为活性炭的钯炭,标记为:

3%-Pd/C-活性炭。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品在 105 °C ± 5 °C 烘干直至恒重后(干基)的化学成分应符合表 1 的规定。

GB/T 23518—2020

表 1 化学成分(干基)

牌号	Pd 含量 (质量分数)/% ≥	杂质元素含量(质量分数)/% ≤		
		Fe	Pb	Cu
3%-Pd/C	2.85	0.05	0.05	0.05
5%-Pd/C	4.75	0.05	0.05	0.05
10%-Pd/C	9.70	0.05	0.05	0.05

5.2 催化性能

产品的催化性能由供需双方协商。

5.3 比表面积

产品的比表面积应符合表 2 的规定。

表 2 比表面积

炭材料类别	比表面积范围/(m ² /g)
钯/活性炭	800~2 000
钯/炭黑	20~1 000
钯/碳纳米管	100~300
钯/介孔碳	500~2 500
钯/碳分子筛	800~2 000

5.4 水分

产品应提供水分的实测含量。

6 试验方法

6.1 化学成分

将样品在 105℃±5℃烘干直至恒重。钯量的测定按照 YS/T 1072 的规定进行。杂质元素含量的测定按照 YS/T 1073 的规定进行。

6.2 催化性能

产品催化性能应由供需双方根据催化反应进行协商确认。脱苄基反应活性试验方法参考 GB/T 37359 的规定进行,松香类歧化反应活性试验方法参考附录 A 的规定进行,硝基加氢类反应活性试验方法参考附录 B 的规定进行,甾体类化合物加氢反应活性试验方法参考附录 C 的规定进行。

6.3 比表面积

产品的比表面积按 GB/T 10722 的规定进行。



6.4 水分

称取约 5 g 产品(精确到 0.001 g),放入干燥洁净的器皿中,然后在烘箱中于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 将产品烘干至恒重。钼炭失去的质量除以称取的钼炭的质量即为钼炭的水分。可以采用水分测定仪测定产品的水分。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品应由供方进行检验,保证产品质量符合本标准及订货单或合同的规定,并填写质量证明书。

7.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准(或订货合同)的规定不符合时,应在收到产品之日起 7 d 内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,应由供需双方协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收,每批应由一次投料生产出的产品组成。

7.3 检验项目

产品出厂前应进行化学成分、催化性能、水分的检验。比表面积在需方有需要,并在订货合同中注明时提供。

7.4 取样

化学成分、催化性能、比表面积、水分的取样,将同一批产品混合均匀,从不同部位取产品总量的 1%~5%,但不少于 50 g,再用四分法缩分至检验所需数量。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 产品检验项目化学成分、催化性能、比表面积中有一项检验结果不合格时,则判该批产品不合格。

7.5.2 水分不作为判定项目,只是提供实测值供客户参照使用。



8 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

8.1 产品标志

在检验合格的产品上应有如下标志:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 生产批次;
- d) 数量;
- e) 生产日期。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 包装

产品用聚丙烯或聚乙烯塑料袋或瓶包装,整齐放入木箱或纸箱内,用纸屑、泡沫等填料添固,不得有

GB/T 23518—2020

松动现象。

8.2.2 运输

产品可以由供需双方协商确定采用铁路、公路、水路、航空等方式运输，运输途中不能接触有腐蚀性和有污染的物质。

8.2.3 贮存

产品应存放于清洁、干燥的场所。

8.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，并注明：

- a) 供方名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称；
- c) 批次；
- d) 数量；
- e) 各项检验结果和技术监督部门印记；
- f) 本标准编号；
- g) 出厂日期。

9 订货单(或合同)内容

本标准所列材料的订货单(或合同)内应包括下列内容：

- a) 产品名称牌号；
- b) 化学成分；
- c) 催化性能；
- d) 比表面积；
- e) 本标准编号；
- f) 数量；
- g) 其他。



附录 A
(资料性附录)

松香歧化反应钨炭催化剂活性试验方法

警示——本试验所涉及的试验原料对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害，必须严防系统漏气，现场严禁有明火，并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防设施；高压反应器严禁带压进行拆卸操作；操作人员需持证上岗；本附录并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

A.1 范围

本附录推荐了钨炭催化剂催化性能测定方法，
本附录适用于松香歧化类反应中使用的钨炭催化剂。

A.2 方法原理

在四口磨砂烧瓶中，松香在钨炭催化剂作用下，在一定温度下发生歧化反应，松香中的枞酸歧化为去氢枞酸，用紫外光谱仪测试，以枞酸转化的速度表征催化性能。

A.3 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水。

A.3.1 松香，特级（见 GB/T 8145）。

A.3.2 乙醇。

A.3.3 氮气，纯度 99.2%。

A.4 试验装置



A.4.1 装置

四口磨砂烧瓶四口功能分别为（1）氮气进口，（2）温度计口，（3）取样口，（4）出气口。
装置主要指标参数见表 A.1。

表 A.1 催化性能试验装置主要设计参数

序号	项目	参数
1	四口磨砂烧瓶（玻璃）规格（容积）/mL	500
2	加热套最高使用温度/℃	350
3	测温准确性/℃	±1
4	转子流量计量程/（mL/min）	0～60

GB/T 23518—2020

A.4.2 校验

正常情况下,试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次,其测定方法按 A.6 和 A.7 的规定执行。

A.5 样品

A.5.1 取样

将同一批产品混合均匀,用四分法分取适量,最少不少于 10 g,密封保存。按照 GB/T 6730.2 的规定进行水分测定,数据用于试料的准确称取。

A.5.2 试料

准确称取 0.060 g 催化剂试料(干基),误差不大于 0.000 1 g,备用。

A.6 试验步骤

A.6.1 试验流程

准确称取 200.00 g 松香(A.3.1),敲碎,转移入四口磨砂烧瓶,放入加热套,接好进出气管和温度计,出料口先用塞子塞好,开氮气吹扫 5 min,氮气流量 30 mL/min,保持氮气流量,开始加热,开搅拌,中等转速,约 10 min 加热到松香融化,至温度 180 °C,将催化剂试料(A.5.2)小心加入烧瓶,约 7 min 后温度上升到 280 °C,保持温度为 280 °C ± 2 °C,开始计时,每 1 h 取样,样品用乙醇溶解,用紫外光谱仪进行测试。反应 3 h。

A.6.2 停车

关闭加热和氮气减压阀,将烧瓶中反应物趁热倒出,用乙醇清洗反应装置。

A.6.3 紫外光谱仪操作条件

扫描波长范围:210 nm~300 nm。

石英比色皿厚度:1 cm。

扫描速度:0.5 nm/s。

参比:乙醇(A.3.2)。

注:满足分析要求的其他分析条件也可选用。

A.6.4 样品测定

以 A.6.1 所收集的产物为被测样品,准确称取约 7 mg~10 mg,精确到 0.1 mg,在比色管中用乙醇溶解,定容到 25 mL,用紫外光谱仪进行测定,分别测定 276 nm、271 nm、250 nm、241 nm 波长处的吸光度,按公式计算结果。

A.7 试验数据处理

以枞酸和去氢枞酸的含量表征催化性能,需综合 2 个指标衡量。

枞酸含量 X_1 计算公式见式(A.1):

$$X_1 = \frac{(A_{241} - A_{250}) \times 2\,500}{28 \times m} \dots\dots\dots (A.1)$$

去氢枞酸含量 X_2 计算公式见式(A.2)：

$$X_2 = \frac{(A_{276} - A_{273}) \times 2\,500}{1.06 \times m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- X_1 ——枞酸含量(质量分数)，%；
- X_2 ——去氢枞酸含量(质量分数)，%；
- A_{241} 、 A_{250} 、 A_{273} 和 A_{276} ——波长分别为 241、250、273、276 nm 的吸光度；
- m ——取样质量，单位为毫克(mg)。

所得结果应表示至四位有效数字。
取 2 次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2 次测定结果的极差值应不大于 3%。



GB/T 23518—2020

附 录 B
(资料性附录)

硝基加氢反应钯炭催化剂活性试验方法

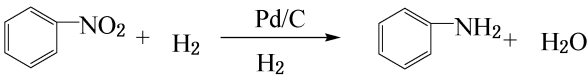
警示——本试验所涉及的试验原料对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害，必须严防系统漏气，现场严禁有明火，并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防设施；高压反应器严禁带压进行拆卸操作；操作人员需持证上岗；本附录并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

B.1 范围

本附录推荐了钯炭催化剂催化性能测定方法。
本附录适用于硝基和亚硝基催化加氢类反应中使用的钯炭催化剂。

B.2 方法原理

在不锈钢反应釜中，硝基苯在一定温度、压力、转速下发生氮氧双键催化加氢反应，最终生成苯胺。反应方程如下：



可以以特定压降段内吸氢速率表征催化性能。

B.3 试剂

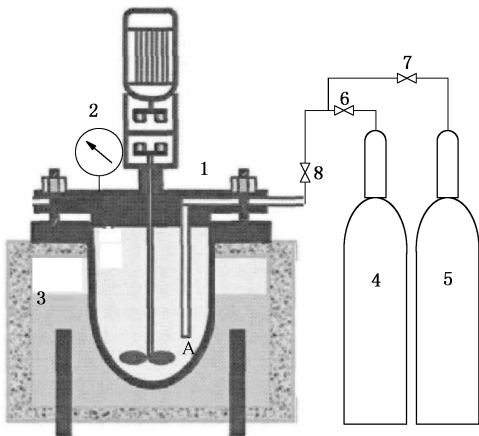
除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水。

- B.3.1 硝基苯。
- B.3.2 甲醇。
- B.3.3 氮气，纯度 99.999%。
- B.3.4 氢气，纯度 99.95%。

B.4 试验装置

B.4.1 装置

催化性能试验装置示意图见图 B.1：



- 说明：
- 1

—— 不锈钢高压釜；

2

—— 精密压力表；

3

—— 超级恒温水浴槽；

4

—— 氮气；
- 5

—— 氢气；

6、7 和 8

—— 阀门；

A

—— 进气口。

图 B.1 催化性能试验装置示意图

B.4.2 主要指标

催化性能试验装置设计指标参数见表 B.1。

表 B.1 催化性能试验装置主要设计参数

序号	项目	参数
1	反应釜(不锈钢 316 L)规格(容积)/mL	250
2	最高使用压力/MPa	3
3	最高使用温度/℃	100
4	最高搅拌速度/转	1 200
5	精密压力表	精密度≥0.25 级 量程≥150 kPa
6	秒表精确度/s	0.1
7	恒温水浴温度稳定性/℃	±0.2
8	平行性(极差值)/%	≤3
9	复现性(极差值)/%	≤3



B.4.3 校验

正常情况下,试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次,其测定方法按 B.6 和 B.7 的规定执行。

GB/T 23518—2020

B.5 样品

B.5.1 取样

将同一批产品混合均匀,用四分法分取适量,最少不少于 10 g,密封保存。按照 GB/T 6730.2 的规定进行水分测定,数据用于试料的准确称取。

B.5.2 试料

准确称取 0.26 g 催化剂试料(干基),误差不大于 0.001 g,备用。

B.6 试验步骤

B.6.1 反应釜装料

将催化剂试料(B.5.2),3 mL 硝基苯(B.3.1),47 mL 甲醇(B.3.2)加入清洁的高压釜,盖上釜盖,均匀扭紧螺母,超级恒温水浴恒温为 30 ℃。

B.6.2 反应器试漏

打开阀门 6 和 8,向系统通入氮气,将系统升压至 1 MPa,关紧反应釜进出口阀门 8。如在 30 min 内压力下降小于 0.05 MPa,则视为系统密封。打开阀门 8,使系统降压至常压。

B.6.3 反应釜气体置换及催化性能评价

系统用氮气置换 3 次,排气降压至常压后,改通氢气,置换 3 次,升压到 140 kPa,打开搅拌,转速 600 r/min,观察精密压力表,加氢反应后压力开始下降,下降至 130 kPa 用秒表开始计时,压力降低到 100 kPa 结束计时。

B.6.4 停车

关闭加热和氢气减压阀,将反应釜中残留液体放出。用乙醇清洗反应釜。

B.7 试验数据处理

以单位吸氢速率表述催化剂性能。计算见式(B.1):

$$S = \frac{V_0}{t \cdot m} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

S ——单位吸氢速率,单位为立方厘米每秒克($\text{cm}^3/\text{s} \cdot \text{g}$);

V_0 ——反应需氢量经验参数,取值 610 cm^3 ;

m ——催化剂质量,单位为克(g);

t ——压降段时间,单位为秒(s)。

所得结果应表示至四位有效数字。

取 2 次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,2 次测定结果的极差值应不大于 3%。

附 录 C
(资料性附录)

甾体类化合物加氢反应钨炭催化剂活性试验方法

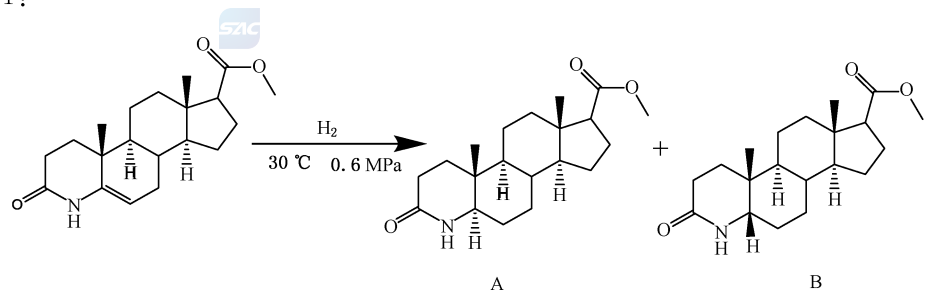
警示——本试验所涉及的试验原料对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害,必须严防系统漏气,现场严禁有明火,并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防设施;高压反应器严禁带压进行拆卸操作;操作人员需持证上岗;本附录并未揭示所有可能的安全问题,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

C.1 范围

本附录推荐了钨炭催化剂催化性能试验方法。
本附录适用于甾体类化合物加氢反应用的钨炭催化剂。

C.2 方法提要

3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯,在一定温度、压力及钨炭催化剂的作用下,发生双键选择性加氢反应,生成 3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯及 3-羰基-4-氮杂-5 β -雄甾-17 β 羧酸甲酯,其化学反应式如图 C.1:



(A:3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯;B:3-羰基-4-氮杂-5 β -雄甾-17 β 羧酸甲酯)

图 C.1 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯加氢反应

用液相色谱仪测定反应前后 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯的质量分数,计算转化率,以此来表征催化剂的活性。以生成的 3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯占总 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾-17 β 羧酸甲酯的比例来表征催化剂的选择性。

C.3 试剂或材料

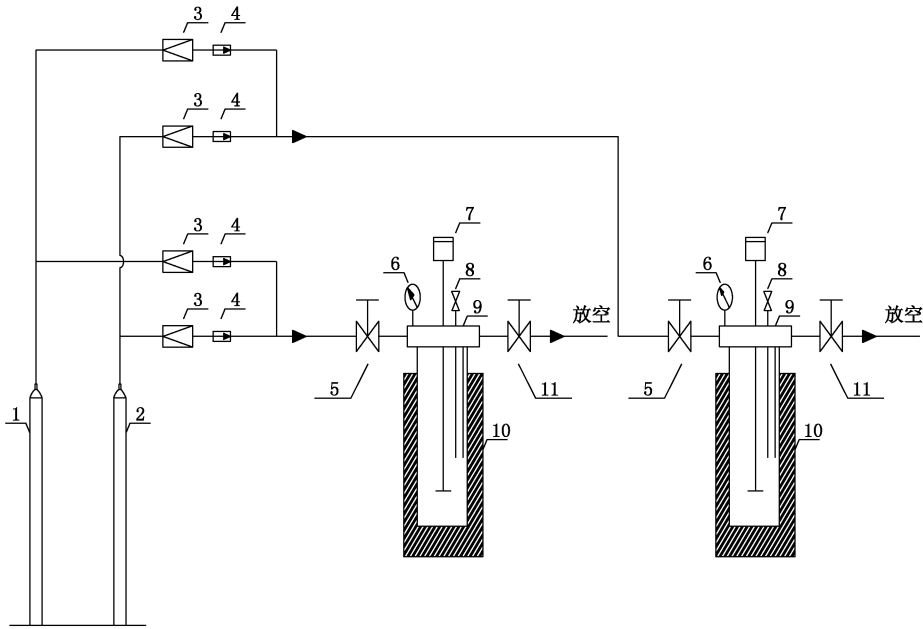
- C.3.1 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯:纯度大于 99.0%。
- C.3.2 乙酸:分析纯。
- C.3.3 乙酸铵:分析纯。
- C.3.4 氢气:纯度 99.999%。
- C.3.5 氮气:纯度 99.99%。

GB/T 23518—2020

C.4 试验装置

C.4.1 装置

钯炭催化剂催化性能试验装置示意图见图 C.2。



说明：

- 1 —— 氮气瓶；

2 —— 氢气瓶；

3 —— 减压阀；

4 —— 单向阀；

5 —— 进气阀；

6 —— 压力表；
- 7 —— 磁力耦合器；

8 —— 取样器；

9 —— 热电偶；

10 —— 反应釜；

11 —— 排气阀。

图 C.2 钯炭催化剂活性与选择性试验装置示意图

C.4.2 主要性能

钯炭催化剂活性与选择性试验装置主要性能设计参数见表 C.1。

表 C.1 活性与选择性试验装置主要设计参数

序号	项目	性能参数
1	反应釜规格(316L 不锈钢)/mL	1 000
2	最高使用压力/MPa	6
3	最高使用温度/℃	260
4	最高使用转速/(r/min)	1 500
5	平行性(极差值)/%	≤3
6	复现性(极差值)/%	≤3

C.4.3 校验

正常情况下,试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次,其测定方法按第7章和第8章的规定。

C.5 样品

C.5.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定进行取样。

C.5.2 试样

将实验室样品混合均匀,用四分法分取适量置于称量瓶中,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,干燥 5 h 后取出,放入干燥器内冷却至室温,备用。

C.5.3 试料

称取 0.150 0 g 钨对应的催化剂试样,精确至 0.000 1 g,备用。

C.6 试验步骤

C.6.1 反应釜的装料

准备好清洁、干燥的氢化反应釜,从反应釜的投料口在玻璃漏斗的辅助下依次加入 20.0 g 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯(C.3.1)、0.30 g 乙酸铵(C.3.3)和催化剂试样(C.5.3),然后用 300 mL 乙酸(C.3.2)将上述物料缓慢冲入氢化反应釜中,盖紧投料口后,将其接入氮气、氢气系统。

C.6.2 试漏

打开氮气瓶阀门,关闭氢化釜排气阀,从氢化釜进气阀通入氮气,充压至 0.50 MPa。如在 30 min 内体系压力下降值小于 0.05 MPa,则视为系统是密闭的。然后缓慢打开氢化釜排气阀,使系统压力恢复至常压。

C.6.3 气体置换及催化性能测定

系统用氮气置换 3 次,排气降压至常压后,改用氢气继续置换 3 次,再排气降压至常压。将反应釜升温至 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,充氢气使压力升至 0.6 MPa。控制并保持反应釜压力为 0.6 MPa,温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$,搅拌速度为 500 r/min。30 min 后取样一次,4 h 后结束试验。

C.6.4 停车

关闭氢气,缓慢打开排气阀进行泄压。用氮气置换系统 3 次后,进行二次取样,将两次取样一起送检分析。用乙酸清洗干净反应釜。

C.6.5 产物组成测定

C.6.5.1 液相色谱仪操作条件

色谱柱:Kromasil 100-5-C18 (4.6 mm \times 250 mm,5 μm)。

波长:210 nm。

GB/T 23518—2020

流动相:乙腈:水(含冰醋酸 0.05%)=1:1。

流速:1 mL/min。

进样量:20 μ L。

柱温:30 $^{\circ}$ C 保留时间参考值:3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯,10.6 min;3-羰基-4-氮杂-5 β -雄甾-17 β 羧酸甲酯,10.3 min。

C.6.5.2 样品的测定

以 C.6.3 及 C.6.4 两次收集的产物为被测样品,依次序逐个检测分析。操作程序为:用针头过滤器滤去被测样品中的钨炭催化剂后,称取 0.005 0 g 供试品,置 10 mL 容量瓶中,加流动相溶解后稀释至刻度,摇匀。用带有针头过滤器的微量注射器吸取 20 μ L 样品,注入液相色谱仪中,以保留时间定性,删去溶剂峰,记录 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯、3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯及 3-羰基-4-氮杂-5 β -雄甾-17 β 羧酸甲酯的峰面积,按面积归一法进行定量。

C.7 试验数据处理

催化剂活性以反应 30 min 后 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯的转化率 E 计,按式(C.1)计算:

$$E = \frac{(w_1 - w_2)}{w_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

E ——催化剂的活性;

w_1 ——料中 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯的质量分数, %;

w_2 ——产物中残余 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾烯-17 β 羧酸甲酯的质量分数, %。

取 3 次连续测定结果的算术平均值作为测定结果,3 次测定结果的极差值应不大于 3%。

催化剂选择性以反应 4 h 后生成的 3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯占总 3-羰基-4-氮杂-5-雄甾-17 β 羧酸甲酯的比例 S 计,按式(C.2)计算:

$$S = \frac{w_3}{(w_3 + w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

S ——催化剂的选择性, %;

w_3 ——成的 3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 羧酸甲酯的质量分数, %;

w_4 ——成的 3-羰基-4-氮杂-5 β -雄甾-17 β 羧酸甲酯的质量分数, %。

所得结果应表示至四位有效数字。

取 3 次连续测定结果的算术平均值作为测定结果,3 次测定结果的极差值应不大于 3%。



参 考 文 献

- [1] GB/T 6679 固体化工产品采样通则
 - [2] GB/T 6730.2 铁矿石 水分含量的测定 重量法
 - [3] GB/T 8145 脂松香
 - [4] GB/T 37359 钨炭催化剂活性试验方法
-