

T/CASME

团 体 标 准

T/CASME XXXX—2024

连续氢化专用钯催化剂

Palladium catalyst for continuous hydrogenation

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

中国中小商业企业协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 技术要求	4
5 试验方法	4
6 检验规则	5
7 标志、包装、运输和贮存。	5
附录 A（资料性附录）连续催化专用钯催化剂中钯含量的测定	7

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。

本文件由扬州博克莱生物医药科技有限公司提出。

本文件由中国中小商业企业协会归口。

本文件起草单位：扬州博克莱生物医药科技有限公司、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

连续氢化专用钯催化剂

1 范围

本文件规定了连续氢化专用钯催化剂的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于连续氢化反应使用的钯催化剂的生产和检验。

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/T 191 包装储运图示标志

GB/T 6286 分子筛堆积密度测定方法

GB/T 6288 粒状分子筛粒度测定方法

GB/T 6678 固体化工产品采样通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23276 钯化合物分析方法 钯量的测定 二甲基乙二醛析出EDTA络合滴定法

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

连续氢化专用钯催化剂 palladium catalyst for continuous hydrogenation

以金属钯为主要活性组分，将金属钯载于氧化铝、炭等载体上制成的应用于连续氢化反应过程的催化剂。

4 分类

按载体材料类别分为 $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ 、 Pd/C 四种型号，四种型号对应牌号如表 1 所示。

表 1 牌号

载体材料类别	牌号
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	PFv1324000-01
	PFv1324321-02
	PFv1324322-02
	PFv1324323-02
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$	PFv1324385-01
$\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$	PFv13000-01
	PFv13321-02
	PFv13322-02
	PFv13323-02
Pd/C	PFv13385-01
Pd/C	PFv1324000-01

5 技术要求

5.1 外观

应符合表2的规定。

表 2 外观

载体材料类别	外观
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	棕黄色球形颗粒, 无明显杂质
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ 、 $\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$	黑色球形颗粒, 无明显杂质
Pd/C	灰黑色球形颗粒, 无明显杂质

5.2 理化指标

应符合表3的规定。

表 3 理化指标

牌号	钯 (Pd) 含量 (质量分数) %	堆积密度 g/mL	粒度 mm
PFv1324000-01	5	0.9	0.5~1
PFv1324321-02		0.8	0.5~1
PFv1324322-02		0.5	0.5~1
PFv1324323-02		0.5	1~2
PFv1324385-01		0.5	0.3~1
PFv13000-01		0.9	0.5~1
PFv13321-02		0.8	0.5~1
PFv13322-02		0.5	0.5~1
PFv13323-02		0.5	1~2
PFv13385-01		0.5	0.3~1

5.3 水分

应符合设计要求。

6 试验方法

6.1 试验条件

如无特殊注明要求时, 试验所用的试剂和水应符合GB/T 6682-2008中规定的三级水。

6.2 外观

目视观察。

6.3 理化指标

6.3.1 钯含量

6.3.1.1 载体材料类别为 $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 的催化剂按附录 A 的规定执行。

6.3.1.2 载体材料类别为 $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ 、 Pd/C 的催化剂按 YS/T 1072 的规定执行。

6.3.2 堆积密度

按GB/T 6286的规定执行。

6.3.3 粒度

按GB/T 6288的规定执行。

6.4 水分

6.4.1 称取约 5 g 催化剂试样倒入 250 ml 的烧杯中，置于 120 °C 烘箱中烘干 4 h~5 h，然后将烧杯移入干燥器中冷却至室温。称得烧杯中干燥后的催化剂试样重量。烘干前后的试样重量之差除以烘干前的试样重量即得水分含量。

6.4.2 水分含量应按式 (1) 计算：

$$W = (1 - \frac{m_1}{m_2}) \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W ——试样中的水分含量，以百分号表示；

m_1 ——试样被烘干前的重量，单位为克 (g)；

m_2 ——试样被烘干后的重量，单位为克 (g)。

7 检验规则

7.1 检验分类

分为出厂检验和型式检验。

7.2 组批

同一原料、同一工艺连续生产的产品为一检验批。

7.3 抽样

应符合 GB/T 6679 的规定。

7.4 出厂检验

7.4.1 每批产品检验合格后方可出厂。

7.4.2 出厂检验的项目为外观、理化指标。

7.5 型式检验

7.5.1 正常生产时，每一年进行一次型式检验，有下列情况之一，也应进行型式检验：

——新产品定型时；

——产品转厂生产定型鉴定前；

——正式投产后，如原料、工艺等方面有较大改变，可能影响产品性能时；

——产品长期停产后，恢复生产时；

——出厂检验与上次型式检验有较大差异时；

——行业主管部门提出进行型式检验要求时。

7.5.2 型式检验的项目包括本文件第 5 章的所有项目，从出厂检验合格品中进行随机抽取。

7.6 判定规则

7.6.1 检验结果的判定应按 GB/T 8170-2008 中修约值比较法执行。

7.6.2 全部项目检验结果符合本文件规定时，则判定该批产品为合格产品。若有一项及以上项目检验结果不符合本文件规定，应重新加倍量选取样品进行复验；复检结果合格的，则判定该批产品合格，复检结果仍有一项及以上项目检验结果不符合本文件要求时，则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存。

8.1 标志

8.1.1 检验合格的产品应附有产品合格证明，并标明以下有内容的标志：

a) 产品名称；

b) 产品规格、型号、主要成分的名称；

c) 产品的使用说明；

- d) 制造厂名称、地址、电话、商标；
- e) 净含量；
- f) 生产批号；
- g) 执行标准编号；
- h) 生产日期。

8.1.2 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

8.2 包装

应装于干燥、清洁的聚乙烯塑料袋或瓶包装内，整齐放入木箱或纸箱内，封口完整。

8.3 运输

运输过程中应防雨、防潮，避免日晒、滚摔、撞击。

8.4 贮存

产品应贮存在干燥、阴凉、通风处，密封保存，避免日晒和雨淋，严防污染。

附录 A

(资料性附录)

连续催化专用钯催化剂中钯含量的测定

A.1 方法原理

将一定量的催化剂试样中的金属钯溶解得到含Pd²⁺的水溶液。在强酸介质中，溶液中的Pd²⁺与过量KI反应，生成橙红色的络合物水溶液，用分光光度法在490 nm波长测定钯的质量分数。

A.2 试剂和溶液

应使用下列试剂和溶液：

- a) 氯化钯：需有准确的氯化钯含量值。测试方法按 GB/T 23276 的规定执行；
- b) 碘化钾；
- c) 乙二胺四乙酸二钠（以下简称 Na₂EDTA）；
- d) 无水亚硫酸钠；
- e) 硫酸（98 %浓度）；
- f) 盐酸（37 %浓度）；
- g) 磷酸（85 %浓度）；
- h) 盐酸溶液，1:1；
- i) 盐酸溶液，1:6；
- j) 硫酸溶液，1:1；
- k) 磷酸溶液，3:2；
- l) Na₂EDTA 溶液， ρ (Na₂EDTA) =30 g/L；
- m) 亚硫酸钠溶液， ρ (Na₂EDTA) =6 g/L，须当日配制并使用；
- n) 碘化钾溶液， ρ (KI) =500 g/L，须当日配制并使用；
- o) 钯标准溶液： ρ (Pd) =0.1 mg/mL，将市售含钯浓度为 1.0 mg/mL 的溶液稀释 10 倍或按下列步骤配制：
 - 1) 称取 0.1700 g±0.0002 g 氯化钯，置于 100 mL 烧杯中，加 30 mL 的 1:6 盐酸溶液；
 - 2) 置电加热板上加热溶解，冷却后移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度并摇匀。此溶液钯质量浓度为 0.1 mg/mL。

A.3 仪器

应使用下列仪器：

- a) 分光光度计：配有 2 cm 宽的比色皿；
- b) 电加热板；
- c) 马弗炉。

A.4 测定步骤

A.4.1 绘制钯工作曲线

用移液管移取 0.1 mg/mL 的钯标准溶液 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL 和 7.0 mL，分别置于 100 mL 的棕色容量瓶中。在这些容量瓶中各加入 2.0 mL 的 1:1 盐酸溶液，然后依次加入 3.0 mL Na₂EDTA 溶液、2.5 mL 亚硫酸钠溶液和 4.0 mL 碘化钾溶液；最后以水稀释至刻度并摇匀。避光显色 10 min~15 min 后将上述溶液倒入 2 cm 比色皿中，在 490 nm 波长下用分光光度计测定其吸光度。用不含氯化钯但含有所有其它试剂的溶液作空白参比。所得的数据以吸光度为横坐标，钯质量浓度 (mg/100 mL) 为纵坐标绘制钯浓度与吸光度工作曲线。

A.4.2 试样处理及钯含量测定

A.4.2.1 取约 2 g 催化剂试样于研钵中研细，置于 350 °C 左右的马弗炉中烘焙 2 h~2.5 h。在干燥器

中冷却至室温，称取约 0.2 g 试样，精确至 0.0002 g。

A. 4. 2. 2 将试样置于 250 mL 锥形瓶中，加入少量水摇匀后加入 15 mL 的 1:1 硫酸溶液和 5 mL 的 3:2 磷酸溶液，然后置于电加热板上加热溶解。完全溶解后所得的溶液呈透明状。

A. 4. 2. 3 待溶液冷却后，移入 100 mL 棕色容量瓶中，用少量水洗锥形瓶内壁三次，所用的水全部移入 100 mL 棕色容量瓶中。然后依次加入 3.0 mL Na₂EDTA 溶液、2.5 mL 亚硫酸钠溶液和 4.0 mL 碘化钾溶液，最后用水稀释至刻度并摇匀。避光显色 10 min~15 min 后将上述溶液倒入 2 cm 比色皿中，在 490 nm 波长下用分光光度计测定其吸光度。用不含氯化钯但含有所有其它试剂的溶液作空白参比。根据所测定的吸光度，从工作曲线上查出相应的钯质量浓度。

A. 5 结果计算

A. 5. 1 按式 (A. 1) 计算催化剂试样中钯含量。

$$\omega_{Pd} = \frac{\rho \times 100}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

ω_{Pd} ——催化剂样品中钯含量，以百分比表示；

ρ ——从工作曲线上查得的被测溶液中钯质量浓度的数值，单位为克每毫升 (mg/mL)；

100——被测试液的总体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——催化剂样品的重量，单位为克 (g)。

A. 5. 2 三次平行测定结果的极差应不大于 0.01 %。取其算术平均值为测定结果，结果取三位有效数字。