

ICS 71.100.99

CCS G 74

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

润滑油加氢异构催化剂化学成分分析方法  
X 射线荧光光谱法

Analytical method of chemical composition for lubricating oil hydroisomerization  
catalysts—X-ray fluorescence spectroscopy

(报批稿)

(本稿完成日期: 2022.3)

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

## 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中触媒新材料股份有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、集萃新材料研发有限公司、东莞市肯特润滑技术有限公司。

本文件主要起草人：包世星、高善斌、陈延浩、李瑞峰、刘卫东、李进、刘丽莹、梁立伟、陆建国、郭金涛、蓝文发、张上、周绿原。

# 润滑油加氢异构催化剂化学成分分析方法 X 射线荧光光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了采用X射线荧光光谱法测定润滑油加氢异构催化剂化学成分。

本文件适用于以分子筛为载体，铂和钨为活性组分的润滑油加氢异构催化剂中铂（0.138%~0.565%）、钨（0.108%~0.264%）、镁（0.501%~1.285%）、钠（0.147%~0.380%）、钾（0.128%~0.393%）、氯（0.151%~0.294%）质量分数的测定。

## 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 6003.1-2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编制网试验筛

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 16597 冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法概要

将采用粉末压片法制得的试样，置于X射线荧光光谱仪中，试样中元素的原子受到高能辐射激发而引起内层电子跃迁，同时发出具有一定特征波长的X射线。根据测得的元素X射线强度，采用适当方法进行校正，得到元素含量与X射线强度的校正曲线，从而求出试样中元素的含量。

## 5 试剂或材料

- 5.1 无水乙醇：分析纯。
- 5.2 氯铂酸钾：分析纯。
- 5.3 氯化钨：分析纯。
- 5.4 氧化镁：分析纯。
- 5.5 氯化钾：分析纯。

- 5.6 碳酸钠：分析纯。  
5.7 分子筛：ZSM 系列，工业级。

## 6 仪器设备

- 6.1 X 射线荧光光谱仪：符合 GB/T 16597 的规定。推荐的仪器配置见表 1。

表 1 仪器配置

项 目	指 标	
	波长色散型X射线荧光光谱仪	能量色散型X射线荧光光谱仪
靶材	铑	铑
功率	≥3kW	约 50W
分光晶体	LIF、Ge 及不同仪器生产厂配置分析钠和镁的晶体	-
测定范围	-	0keV~40keV
检测器	SC 和 PC	半导体
照射方式	上照或下照	下照
光路	真空	大气

- 6.2 天平：感量 0.0001g。  
6.3 烘箱：温度范围 RT+10℃~300℃，温度波动度±1℃，温度分布精度±3.5%。  
6.4 马弗炉：额定温度 1100℃，保温精度±1℃。  
6.5 压片机：压力不小于 25MPa。  
6.6 PVC 样品环：压片厚度不小于 3mm、样品环内径 33mm。  
6.7 干燥器：直径不小于 300mm。

## 7 样品

### 7.1 实验室样品

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定取得。

### 7.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法取约 10g，置于研钵中研磨为均匀的细粉，使试样全部通过 106μm 试验筛（按照 GB/T 6003.1-2012 中 R40/3 系列），置于坩锅中，于 120℃干燥 1h，取出，放入干燥器内冷却至室温，备用。

### 7.3 样片制备

称取约 3.0g 的试样，精确至 0.1g，倒入 PVC 样品环，用压片机加压至 25MPa 并保持 20s，取出，放入干燥器内，备用。平行制备两个样片。制得的样片表面应平整光滑，无裂缝或松散。

## 8 标准曲线的绘制

### 8.1 标准样品的制备

#### 8.1.1 分子筛处理

将分子筛混合均匀，用四分法取约 100g，置于研钵中研磨为均匀的细粉，使试样全部通过 106 $\mu$ m 试验筛，置于坩埚中，于 500℃ 焙烧 1h，取出，放入干燥器内冷却至室温，备用。

### 8.1.2 金属标准样品配制

称取约 2g 氯铂酸钾、氯化钡、氧化镁、碳酸钠、氯化钾，分别置于五个坩埚中，于 200℃ 焙烧 1h，取出，放入干燥器内冷却至室温。

按表 2 的规定，分别称取上述物质，精确至 0.0001g，置于七个研钵中，加无水乙醇浸没粉末，研磨约 30min 至半干状态，自然干燥 2h 后，置于七个坩埚中，于 120℃ 干燥 1h，取出，放入干燥器内冷却至室温，备用。

表 2 润滑油加氢异构催化剂标准样品中各物质的质量

单位为克

样品编号	氯铂酸钾	氯化钡	氧化镁	碳酸钠	氯化钾	分子筛
M1	0.0200	0.0100	0.0800	0.0900	-	9.8000
M2	0.0500	0.0150	0.0200	0.0800	-	9.8000
M3	0.0800	0.0200	0.0600	0.0200	0.0100	9.8000
M4	0.1100	0.0300	0.0400	0.0300	0.0800	9.7000
M5	0.1400	0.0350	0.3500	0.0600	0.0200	9.4000
M6	0.1700	0.0400	0.3000	0.0700	0.0250	9.4000
M7	0.2000	0.0500	0.2000	0.0400	0.0300	9.5000

注：标准样品中铂、钡、镁、钠、钾、氯元素的质量分数计算，采用 IUPAC 2019 版原子量表。

### 8.1.3 氯标准样品配制

挑选一个氯元素含量最大的样品。取约 30g 样品按 7.2 的规定制备成试样。分别称取 6.0g、5.0g、4.0g、3.0g、2.0g、1.0g 试样，再分别添加 0g、1.0g、2.0g、3.0g、4.0g、5.0g 分子筛（见 8.1.1），精确至 0.0001g；分别置于六个研钵中，加无水乙醇浸没粉末，研磨约 30min 至半干状态，自然干燥 2h 后，置于六个坩埚中，于 120℃ 干燥 1h，取出，放入干燥器内冷却至室温，备用。

## 8.2 标准样片的制备

按 7.3 的规定，制备标准样片。

## 8.3 标准样片的测定

在仪器工作条件（见附录 A）下，将标准样片（见 8.2）置于 X 射线荧光光谱仪的样品盒中，将平滑的一面朝向靶源。平行测定两个标准样片中元素 X 射线强度，并且两次测定结果的相对偏差不大于 0.5%。

## 8.4 标准曲线的建立

用仪器配置软件，根据实际情况选择合适的标准方程，以标准样片中该元素的含量和测定的 X 射线强度平均值计算出标准曲线参数和系数，绘制标准曲线。

## 9 样片的测定

按 8.3 的规定测定催化剂样片（见 7.3）。

## 10 试样数据处理

通过测定试样中元素 X 射线强度，根据标准曲线获得该元素在样品中的质量分数（ $\omega$ ）。测定结果保留小数点后三位。平行测定两个样片，取两次测定结果的算术平均值为测定结果。

## 11 精密度

### 11.1 重复性限（ $r$ ）

在重复性试验条件下，两次测定结果的绝对差值不大于表 3～表 8 中规定的数值。

### 11.2 再现性限（ $R$ ）

在再现性试验条件下，两次测定结果的绝对差值不大于表 3～表 8 中规定的数值。

表 3 润滑油加氢异构催化剂铂元素含量测定的重复性限和再现性限（质量分数）

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	0.565	0.025	0.042
2	7	0.456	0.014	0.023
3	7	0.447	0.003	0.040
4	7	0.346	0.008	0.014
5	7	0.233	0.014	0.014
6	7	0.226	0.006	0.028
7	7	0.138	0.003	0.006

表 4 润滑油加氢异构催化剂钨元素含量测定的重复性限和再现性限（质量分数）

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	0.264	0.008	0.048
2	7	0.143	0.008	0.017
3	7	0.124	0.006	0.006
4	7	0.118	0.003	0.006
5	7	0.115	0.011	0.011
6	7	0.108	0.008	0.011

表 5 润滑油加氢异构催化剂镁元素含量测定的重复性限和再现性限（质量分数）

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	1.285	0.020	0.037
2	7	1.225	0.023	0.034

表6 (续)

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
3	7	0.936	0.008	0.031
4	7	0.907	0.014	0.028
5	7	0.501	0.008	0.048

表7 润滑油加氢异构催化剂钠元素含量测定的重复性限和再现性限(质量分数)

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	0.380	0.014	0.023
2	7	0.283	0.008	0.017
3	7	0.206	0.003	0.011
4	7	0.147	0.003	0.008

表8 润滑油加氢异构催化剂钾元素含量测定的重复性限和再现性限(质量分数)

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	0.393	0.008	0.011
2	7	0.305	0.008	0.014
3	7	0.229	0.008	0.008
4	7	0.227	0.003	0.014
5	7	0.165	0	0.008
6	7	0.128	0.003	0.003

表9 润滑油加氢异构催化剂氯元素含量测定的重复性限和再现性限(质量分数)

以%表示

水平	实验室	$\omega$	$r$	$R$
1	7	0.294	0.008	0.017
2	7	0.267	0.006	0.014
3	7	0.205	0.011	0.028
4	7	0.194	0.008	0.028
5	7	0.174	0.006	0.017
6	7	0.151	0.003	0.011

## 12 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 产品名称、批号、批量;
- b) 执行的产品标准号;
- c) 试样本身必要的详细说明;

- d) 检验项目及其结果；
- e) 测试实验室名称和地址；
- f) 生产厂名称；
- g) 生产日期、检验员签名或盖章；
- h) 测定过程中存在的任何异常特性和在本文件中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

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



## 附录 A

(资料性)

## X 射线荧光光谱仪测定条件

X 射线荧光光谱仪对于润滑油加氢异构催化剂中铂、钯、镁、钠、钾、氯 6 种元素的测定条件，见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 波长色散型 X 射线荧光光谱仪的元素测定条件

元素分析线	分光晶体	检测器	峰角度/ (°)	背景/ (°)	衰减器
Pt $L_{\alpha}$	LIF	SC	38.04	39.04	1:1
Pd $K_{\alpha}$	LIF	SC	16.75	17.60	1:1
Mg $K_{\alpha}$	RX25	PC	38.80	40.95	1:1
Na $K_{\alpha}$	RX25	PC	47.16	48.90	1:1
K $K_{\alpha}$	LIF	PC	136.68	138.70	1:1
Cl $K_{\alpha}$	Ge	PC	92.81	94.55	1:1
Rh $K_{\alpha c}$	LIF	SC	18.36	19.62	1:1

真空光路，Rh  $K_{\alpha c}$  作为内标对钯的曲线进行校正。

表 A.2 能量色散型 X 射线荧光光谱仪的元素测定条件

元素分析线	电流/ $\mu$ A	电压/kV	峰能量/keV	检测范围/keV
Pt $L_{\alpha}$	100	50	9.44	9.18~9.68
Pd $K_{\alpha}$	100	50	21.12	20.72~21.52
K $K_{\alpha}$	100	15	3.31	3.11~3.51
Cl $K_{\alpha}$	100	15	2.62	2.42~2.82
Rh $K_{\alpha c}$	100	50	19.22	18.72~19.72

大气光路，Rh  $K_{\alpha c}$  作为内标对钯的曲线进行校正。