

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0625—95

硅铝催化剂中 γ - Al_2O_3 含量测定法 (X 射线衍射法)

1995-08-14 发布

1995-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

硅铝催化剂中 γ - Al_2O_3 含量测定法
(X 射线衍射法)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 X 射线衍射仪测定硅铝催化剂中 γ - Al_2O_3 及其他过渡态氧化铝相对含量的方法。本标准适用于含有氧化硅、氧化铝、硅酸铝(包括无定形硅酸铝、高岭土或硅酸铝分子筛)的催化剂。

2 方法概要

经过焙烧和磨细的催化剂试样,在以 $\text{CuK}\alpha$ 为辐射源及其他规定的试验条件下,收集 2θ 角 $50^\circ\sim 55^\circ$ 、 $62^\circ\sim 73^\circ$ 两段 X 射线衍射图¹⁾(其中第一段衍射图仅作为第二段衍射图确定被测峰前背底强度时使用),通过计算试样与 γ - Al_2O_3 参比样 2θ 角约为 67° 的衍射峰净强度比,得到试样中 γ - Al_2O_3 相对含量。

3 意义和用途

3.1 本标准认为,出现在 2θ 角 67° 附近的宽散的衍射峰是由 γ - Al_2O_3 形成的。它适于评估焙烧过的催化剂中 γ - Al_2O_3 的相对含量,其中可能包括文献中被描述为 η -、 χ -、 γ -这三种形态的 Al_2O_3 。 δ - Al_2O_3 在同样范围内也有衍射峰,但一般要在 800°C 以上形成,而大多数催化剂的处理温度都不高于此温度。对于晶相种类的鉴别可参考有关文献,由本标准给出的结果统称为 γ - Al_2O_3 。

3.2 某些其他组分可能引起一些干扰,如 α -石英、硅酸铝分子筛、高温下形成的铝基尖晶石等。如怀疑有干扰物质存在,就要对衍射图仔细核查。当催化剂中含有大量重金属或稀土元素时,由于它们表现出强的 X 射线吸收和散射,也可能引起更严重的干扰。因此,在同类试样之间进行比较,比组成差异很大的试样之间进行比较更为适宜。

4 仪器、设备

4.1 X 射线粉末衍射仪:使用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射源、镍滤波片及相同规格的样品架。发散狭缝 2° 、接收狭缝 0.6 mm 、防散射狭缝 2° 。

收集 X 射线衍射图时需要选择的试验条件见下表²⁾。

采用说明:

1) 原标准要求收集 2θ 角 $52^\circ\sim 76^\circ$ 一段 X 射线衍射图。

2) 原标准要求使用单色器及相应的狭缝,并要求选择增益因子。本标准要求使用滤波片及较宽的各种狭缝,在仪器正常工作情况下不要求重新选择增益条件,采取两段扫描及与之相配合的试验条件收集衍射数据,并规定了参比样净峰高最低限。