

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

加氢催化剂及其载体中二氧化硅晶相含量  
的测定 X 射线衍射法

Determination of silicon dioxide crystalline phase content in hydrogenation catalysts  
and its supports—X-ray diffraction method

(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、开滦能源化工股份有限公司、东莞市合标科技有限公司。

本文件主要起草人：李瑞峰、宋金鹤、陈延浩、郭金涛、温广明、李进、马宝利、王涛、卢冰、徐铁钢、徐伟池、董金明、孙玲、万书宝、屈兴合、张薇。

# 加氢催化剂及其载体中二氧化硅晶相含量的测定 X射线衍射法

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射线衍射法测定加氢催化剂及其载体中二氧化硅晶相含量。

本文件适用于加氢催化剂及其载体中 $\alpha$ -二氧化硅晶相含量在0.33%~10.22%（质量分数）范围内的测定。加氢催化剂及其载体中低温方石英晶相含量的测定也可参照执行本文件，但本文件未对其精密度进行考查。

## 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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

## 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

在相同的试验条件下，测定并收集 $2\theta$ 角度在 $25^\circ\sim 27^\circ$ 范围内校准样片和催化剂及其载体样片的X射线衍射数据，采用数据处理软件的化学计量学分峰程序（Pearson VII）获得样片中 $\alpha$ -氧化铝（012）和 $\alpha$ -二氧化硅（101）两个晶面衍射峰的积分强度（计数），用 $k$ 值法计算加氢催化剂及其载体中 $\alpha$ -二氧化硅晶相的含量（质量分数）。

## 5 试剂或材料

5.1  $\alpha$ -二氧化硅：粉末，含量不小于96%（质量分数）。

5.2  $\alpha$ -氧化铝：粉末，含量不小于99%（质量分数）。

5.3 无水乙醇：分析纯。

## 6 仪器设备

6.1 X射线衍射仪：配置铜靶  $K_{\alpha}$  X射线源，仪器衍射强度稳定性不大于 1.5%/8h，安装 X射线衍射数据处理软件。

6.2 分析天平：感量 0.0001g。

6.3 恒温干燥箱：能控制温度  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

## 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

称取  $3000.0\text{mg} \pm 10.0\text{mg}$  实验室样品，置于玛瑙研钵中，滴加无水乙醇浸没粉末，湿法研磨 5min~10min。置于通风橱中，自然干燥 2h~4h。收集粉末于石英坩埚中。将石英坩埚置于恒温干燥箱中，于  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  干燥 1h。取出，置于 0.5nm 分子筛干燥器中冷却。备用。

## 8 样片制备

### 8.1 校准样片的制备

8.1.1 称取  $100.0\text{mg} \pm 1.0\text{mg}$   $\alpha$ -氧化铝、 $100.0\text{mg} \pm 1.0\text{mg}$   $\alpha$ -二氧化硅，置于玛瑙研钵中。

8.1.2 滴加无水乙醇浸没粉末，湿法研磨 30min。将玛瑙研钵置于通风橱中，自然干燥 2h~4h。将干燥后的粉末装填在试样架中，用平整光滑的玻璃板适当压紧，刮去高出试样架表面的多余粉末，并使样片表面保持平整。

### 8.2 催化剂及其载体样片的制备

称取  $20.0\text{mg} \pm 1.0\text{mg} \sim 620.0\text{mg} \pm 10.0\text{mg}$   $\alpha$ -氧化铝、 $1000.0\text{mg} \pm 10.0\text{mg}$  催化剂或其载体试样，置于玛瑙研钵中，按 8.1.2 的步骤制备催化剂及其载体样片。 $\alpha$ -氧化铝的添加量应使其 (012) 晶面衍射峰的积分强度 (计数) 与催化剂及其载体中  $\alpha$ -二氧化硅 (101) 晶面衍射峰的积分强度 (计数) 接近。

## 9 测定

### 9.1 仪器工作条件

仪器工作条件见表 1，典型加氢催化剂中  $\alpha$ -二氧化硅和  $\alpha$ -氧化铝的化学计量学分峰拟合图见图 1。

表 1 仪器工作条件

项 目	指 标
铜靶 $K_{\alpha}$ X射线波长/nm	0.1542
扫描方式	步进扫描
$2\theta$ 角度范围/ $^{\circ}$	25~27
$\alpha$ -二氧化硅 (101) 晶面衍射峰的积分强度 (计数)	$\geq$ 1500

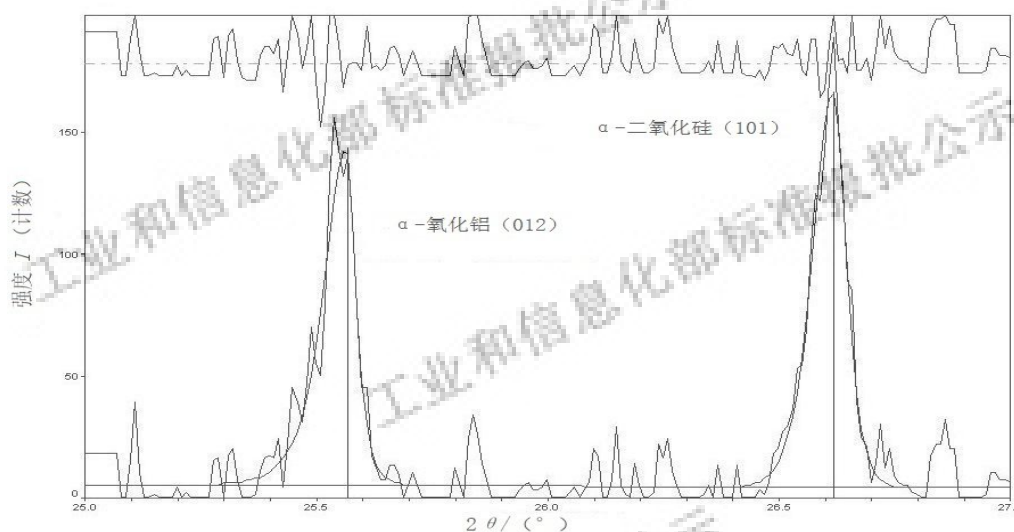


图1 典型加氢催化剂中 $\alpha$ -二氧化硅(0.99%)和 $\alpha$ -氧化铝的化学计量学分峰拟合图

## 9.2 测定步骤

按仪器工作条件,用X射线衍射仪分别测定校准样片和催化剂及其载体样片。采用Savitzky-Golay 7点自动抛物平滑和剥除 $K_{\alpha 2}$ 处理衍射数据,应用化学计量学分峰程序(Pearson-VII)获得样片中 $\alpha$ -氧化铝(012)和 $\alpha$ -二氧化硅(101)两个晶面衍射峰的积分强度(计数),计算出 $k$ 值和催化剂及其载体中 $\alpha$ -二氧化硅的晶相含量(质量分数)。

每个试样平行测定两次,两次测定结果的相对偏差不大于1%。

## 10 试验数据处理

### 10.1 $k$ 值

校准样片中 $\alpha$ -二氧化硅对 $\alpha$ -氧化铝的比强度 $k$ ,按公式(1)计算:

$$k = \frac{I_i \omega_s}{I_s \omega_i} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$I_i$ ——校准样片中 $\alpha$ -二氧化硅(101)晶面衍射峰的积分强度(计数);

$\omega_s$ ——校准样片中 $\alpha$ -氧化铝的质量分数,以%表示;

$I_s$ ——校准样片中 $\alpha$ -氧化铝(012)晶面衍射峰的积分强度(计数);

$\omega_i$ ——校准样片中 $\alpha$ -二氧化硅的质量分数,以%表示。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,测定结果保留小数点后二位。

### 10.2 $\alpha$ -二氧化硅晶相的含量

催化剂及其载体样品中 $\alpha$ -二氧化硅晶相含量 $\omega$ ,按公式(2)计算:

$$\omega = \frac{I_i \omega_s}{I_s k (1 - \omega_s)} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$I_i$ ——催化剂及其载体样片中  $\alpha$ -二氧化硅（101）晶面衍射峰的积分强度（计数）；

$\omega_s$ ——催化剂及其载体样片中  $\alpha$ -氧化铝的质量分数，以%表示；

$I_s$ ——催化剂及其载体样片中  $\alpha$ -氧化铝（012）晶面衍射峰的积分强度（计数）；

$k$ —— $\alpha$ -二氧化硅对  $\alpha$ -氧化铝的比强度。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，测定结果保留小数点后二位。

## 11 精密度

### 11.1 重复性限（ $r$ ）

在重复性试验条件下， $\alpha$ -二氧化硅晶相含量（ $\omega$ ）两次测定结果的绝对差值不大于表 2 中规定的数值。

### 11.2 再现性限（ $R$ ）

在再现性试验条件下， $\alpha$ -二氧化硅晶相含量（ $\omega$ ）两次测定结果的绝对差值不大于表 2 中规定的数值。

表 2 重复性限和再现性限（质量分数）

以%表示

实验室	$\omega$	$r$	$R$
8	0.33~10.22	$r=0.08m+0.05$	$R=0.10m+0.04$

## 12 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- 产品名称、批号、批量；
- 执行的产品标准编号；
- 试样本身必要的详细说明；
- 检验项目及其结果；
- 测试实验室名称和地址；
- 生产厂名称；
- 生产日期、检验员签名或盖章；
- 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。