

ICS 75.080

E 30

SH

# 中华人民共和国石油化工有限公司行业标准

NB/SH/T 0863—2013

---

## 流化催化裂化催化剂中化学元素 X 射线荧光光谱法测定指南

Standard guide for determination of chemical elements  
in fluid catalytic cracking catalysts  
by X - ray fluorescence spectrometry (XRF)

2013-06-08 发布

2013-10-01 实施

国家能源局 发布

## 前 言

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D7085 - 04 (2010)<sup>e1</sup> 《流化催化裂化催化剂中化学元素测定标准指南—X 射线荧光光谱法 (XRF)》。

本标准与 ASTM D7085 - 04 (2010)<sup>e1</sup> 的技术性差异及原因如下：

- 在第 2 章规范性引用文件中将 ASTM D7085 - 04 (2010)<sup>e1</sup> 的部分引用标准用我国相应的行业标准代替，因为 SH/T 0696—2000 等效采用 ASTM D1977 - 98；
- 在 6.1 和 6.2 增加了熔片法和压片法用到的试剂种类，为了扩大试剂的选用范围；
- 在 6.8 增加了有关标准溶液方面的描述，为了方便标准溶液的使用；
- 在 8.5.1.4 增加了压片法用新鲜流化催化裂化 (FCC) 催化剂配制标准样品的制备方法，为了解决标准样品的来源问题；
- 在 8.6.3 增加了不加粘结剂的粉末直接压片制样方式，由于 FCC 催化剂粘结性较好一般情况下可不加粘结剂。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会 (SAC/TC280/SC1) 归口。

本标准起草单位：中国石油化工集团公司洛阳石油化工工程公司。

本标准主要起草人：程荣奇、白正伟、李兵、李烽。

# 流化催化裂化催化剂中化学元素 X 射线荧光光谱法测定指南

## 1 范围

1.1 本标准规定了用 X 射线荧光光谱法 (XRF) 对流化催化裂化 (FCC) 催化剂中 29 种化学元素进行定量分析时可供选择的几种方法, 本标准也可以扩展到其他的元素。29 种化学元素分别为: 铝 (Al)、硅 (Si)、铁 (Fe)、镍 (Ni)、钒 (V)、钠 (Na)、硫 (S)、磷 (P)、镧 (La)、铈 (Ce)、镁 (Mg)、钾 (K)、钙 (Ca)、钡 (Ba)、钛 (Ti)、钴 (Co)、铜 (Cu)、铅 (Pb)、锌 (Zn)、锑 (Sb)、锡 (Sn)、锰 (Mn)、钼 (Mo)、锶 (Sr)、锆 (Zr)、铋 (Bi)、镨 (Pr)、钕 (Nd)、钐 (Sm)。

1.2 本标准适用于 FCC 新鲜催化剂、FCC 平衡剂、FCC 待生剂、FCC 催化剂粉。

1.3 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备, 但并未对与此有关的所用安全问题都提出建议。因此, 用户在使用本标准前, 应建立适当的安全和防护措施, 并确定相关规章限制的适用性。

## 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, 仅所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。

- SH/T 0696—2000 FCC 平衡催化剂中镍和钒测定方法 (氢氟酸/硫酸分解—原子光谱分析法)
- ASTM C 982 能量色散 X 射线荧光光谱仪 (XRF) 系统部件选取指南
- ASTM C 1118 波长色散 X 射线荧光光谱仪 (XRF) 系统部件选取指南
- ASTM E 1172 波长色散 X 射线荧光光谱仪描述和说明规范
- ASTM E 1361 X 射线光谱分析中基体效应修正指南
- ASTM E 1621 X 射线发射光谱分析指南
- ASTM E 1622 波长色散 X 射线荧光光谱仪中谱线重迭修正规范

## 3 指南概要

3.1 试样的表面必须干净、均一和平整, 两种常用的样品处理方法为粉末压片法 (以下简称压片法) (方法 A, 第 8 章) 和熔融制样法 (以下简称熔片法) (方法 B, 第 9 章)。

3.2 原级 X 射线照射在经过压片或者熔片处理的样品的表面上, 产生的 X 射线的二次谱线 (荧光) 就是样品中化学元素的特征光谱。

3.3 利用两种不同类型的 X 射线荧光光谱仪 (XRF) — 波长色散 X 射线荧光光谱仪 (WDXRF) 和能量色散 X 射线荧光光谱仪 (EDXRF), 收集、处理 X 射线谱线。用 WDXRF 时, 样品产生的二次 X 射线根据波长的不同通过晶体或人造晶体被分散, 不同波长的 X 射线强度通过相应的检测器测量并以计数 (单位时间内到达检测器上的 X 射线的数量) 记录; 用 EDXRF 时, 样品产生的二次 X 射线被送往检测器, 在检测器里整个 X 射线的光谱通过能量的不同进行分类, 然后通过多通道的分析器进行计数处理。根据测量的 X 射线强度, 通过由合适参考物质建立的标准曲线来确定样品中元素的浓度。

3.4 波长色散 X 射线荧光光谱仪 (WDXRF) 的主要优点是分辨率高以及检测限低, 能量色散 X 射线荧光光谱仪 (EDXRF) 的主要优点是检测速度快并且仪器的成本较低。