

测量催化剂粉末的漫反射

使用 Praying Mantis 附件和 Agilent Cary 5000
UV-Vis-NIR 分光光度计



作者

Eric Marceau
UPMC — Laboratoire
de Réactivité de Surface
(UMR 7197 CNRS)
法国巴黎

Caroline Perier
安捷伦科技公司
法国莱叙利斯

Travis Burt
安捷伦科技公司
澳大利亚墨尔本

简介

三氧化二铝 (Al_2O_3) 俗称氧化铝，是一种普遍存在的天然化合物，具有广泛的行业应用。除用作颜料或磨料外，氧化铝还作为脱硫或加氢反应的催化剂载体，发挥着至关重要的作用。在后一种情况下，催化剂的活性相通常由镍金属纳米颗粒组成。在 $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 催化剂制备的第一步中，镍 (II) 盐与氧化铝表面之间最初建立的相互作用最终决定了催化剂的活性相分散和活性。因此，很有必要跟踪热处理后镍形态的演变，以改善催化剂制备。

Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计与 Praying Mantis 漫反射附件相结合，能让您更好地了解宽温度范围内发生的化学转化。UV-Vis-NIR 光谱可以检测过渡金属离子的电子吸收光谱。通过吸收谱带的数量和位置解释光谱，将得到元素的电子排布及其化学环境的性质和对称性等信息。此外，光谱的近红外部分提供了狭窄的红外谐波以及源于金属配体或载体的组合谱带的相关信息，可以有效补充中程红外光谱。

Praying Mantis 采样附件很灵活，可在温度和气压可控的环境池中对固体样品进行反射研究。在这项研究中，使用设置在 Praying Mantis 内部的反应室的小体积粉末杯测量样品。Praying Mantis 附件给出的定性结果与另一种漫反射附件（积分球）给出的结果非常相似，但具有测量几何形状向下的优点，允许样品水平安装，并且能够测量非常小的样品（约 0.1 cm^3 ）而不会损失性能。

除灵活性之外，Cary UV-Vis-NIR 系统还为小体积粉末提供了水平非常高的数据。Praying Mantis DRA 用镜子，而非具有反射涂层的球体。这样可以更好地控制照明和检测条件，从而在定义的反射角度范围内创建高效的系统。这种类型的测量总是得出“参考反射率的百分比”，这本质上是定性结果；结果取决于所使用的参比材料。不过，这两种方法可以获得类似的结果。

Cary UV-Vis-NIR 分光光度计的一个主要优点是能够处理非常小的信号和非常低的光线水平（非常高的吸光度或非常低的透射率/反射率）。即使在样品反射率低或在极端采样条件下（例如反应室）进行测量时，也可以获得高精度读数。

实验部分

仪器

采用标准 Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计（图 1）和配有高温反应室的 Praying Mantis 附件（图 2）获取所有读数，该附件已安装并校准，可与标准粉末池支架配合使用。反应室的窗口材料为 SiO_2 。在环境条件 ($20 \text{ }^\circ\text{C}$) 下采集 PTFE 上的参比光谱，并用气流进行样品测量。



图 1. Agilent Cary 5000 分光光度计



图 2. 带校准工具和粉末池样品杯的 Praying Mantis 附件

反应室

反应室（图 3）可引入一种反应气体并使其与样品发生反应，从而研究体内的反应，确定反应速率、中间产物和反应产物。反应室装有带三个窗口的穹顶，其中两个窗口用于让光谱仪发出的光线进出，第三个窗口用于观察、照亮或辐射样品。这一结构便于使用反应室进行光化学研究。所有三个窗口采用的标准材料是紫外石英。



图 3. 反应室

结果与讨论

光谱结果以 Kubelka-Munk (F(R)) 单位表示，而波长以纳米为单位。F(R) 是 %R 的数学转换，用于建立反射率和浓度之间的相互关系。

八面体构型的 Ni^{2+} 离子显示出三个吸收谱带，两个在可见光区（约 400 nm 和 600 nm 处），另一个更宽的谱带在近红外区（约 1200 nm 处）。随着温度上升至 110 °C，390 nm 处的谱带发生转移，证明了水合硝酸镍转化为镍的碱式硝酸盐时镍离子周围的变化，升至 230 °C 以上则会形成 NiO。

近红外谱带的光谱在室温到 110 °C 之间更突显碱式硝酸盐的变化（从 1153 nm 谱带转移到 1240 nm 谱带），以及镍盐和载体的脱水（在 1450 nm 的谱带失去 -OH）。吸附水和氧化铝的羟基基团在 1950 nm 和 2300 nm 处还有两个谱带。

通过减少 1950 nm 处的初始强谱带，可以清楚地看到脱水过程，经过 250 °C 热处理后，氧化铝表面残留了一些羟基。

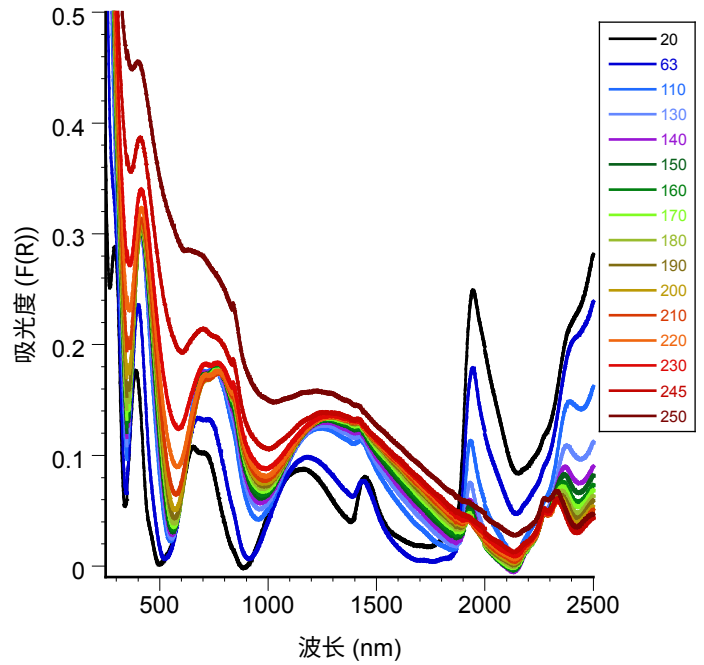


图 4. Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 中的 Praying Mantis（叠加扫描）。
 $Ni[H_2O]_6(NO_3)_2/Al_2O_3$ 从 20 °C 到 250 °C 的热转化

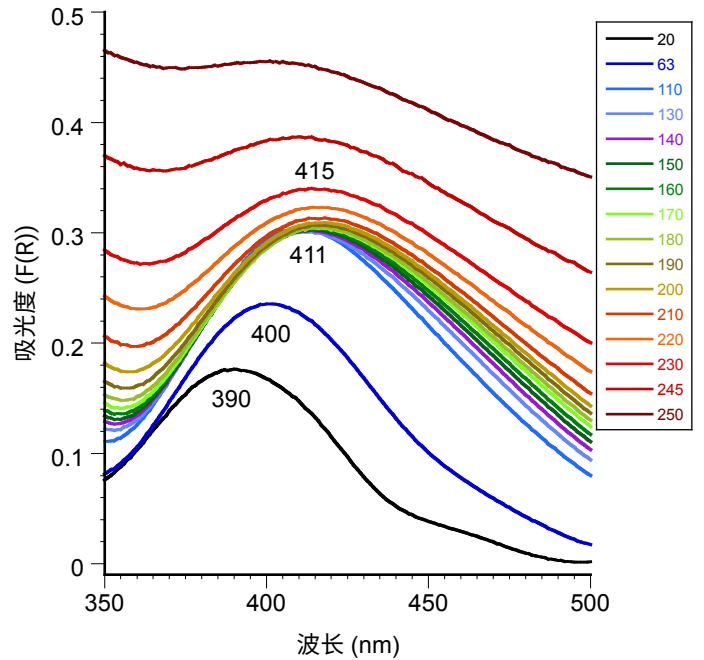


图 5. UV-Vis 范围

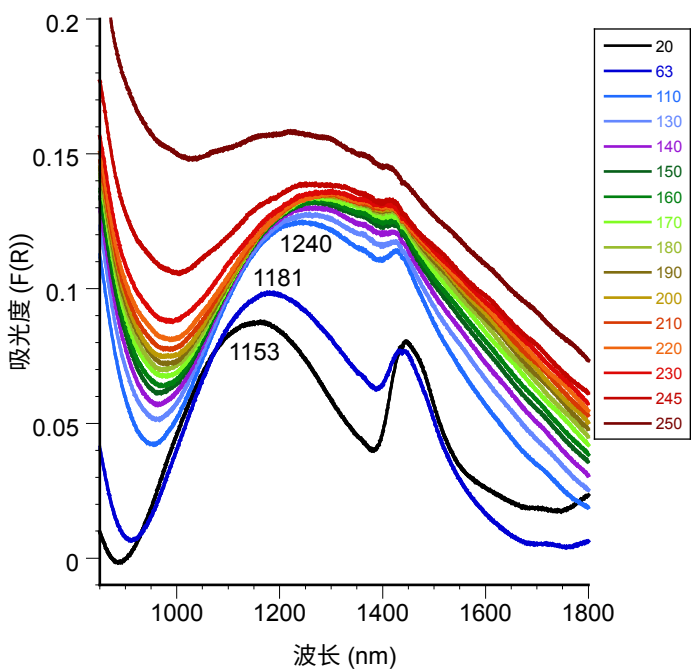


图 6. NIR 范围

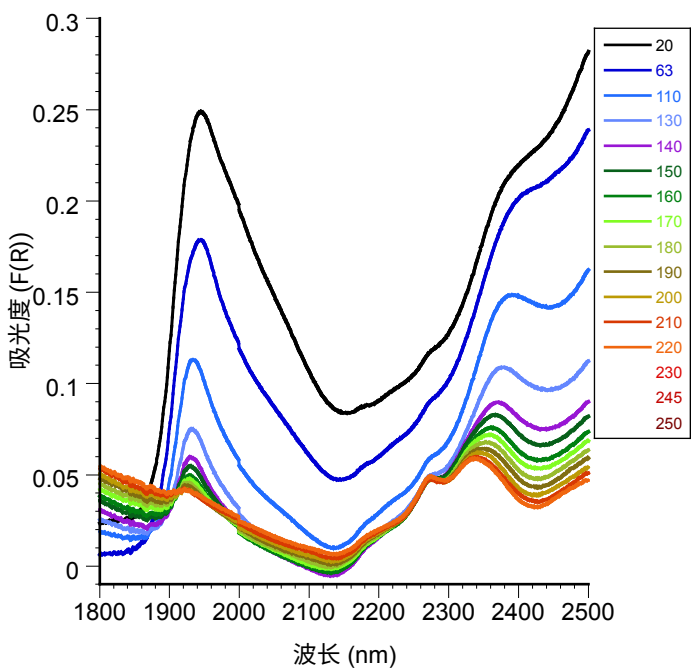


图 7. 最高 1800 nm 的 NIR 范围

www.agilent.com/chem/cary5000

DE28029956

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012，2023
2023 年 1 月 3 日，中国出版
5990-9787ZHCN

结论

结果表明，Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 系统可在 20–250 °C 的温度范围内分析小体积催化剂粉末样品。Cary 5000 的宽动态范围和出色的信噪比相结合，同时使用高温反应室和 Praying Mantis 附件，清晰展示了镍盐转化和载体系统脱水过程。这使得漫反射成为研究参与多相催化或气固界面反应的粉末的宝贵工具。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

