

团 体 标 准

T/CCASC XXXX—XXXX

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量测定 方法 火焰原子光谱吸收法

Gold based mercury-free catalyst for synthesis of vinyl chloride—Method for
determination of gold content—Flame atomic spectroscopic absorption

2024.09

2024-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中国氯碱工业协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器设备	2
7 样品	2
8 试验步骤	2
8.1 样品测定	2
8.2 工作曲线的绘制	3
8.3 平行试验	3
8.4 空白试验	3
9 数据处理	3
10 精密度	3
10.1 重复性	3
10.2 再现性	4
11 试验报告	4
参考文献	5

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。

本文件由中国氯碱工业协会标准化工作委员会提出并归口。

本文件主要起草单位：。

本文件参与起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件由中国氯碱工业协会负责管理和解释。执行过程中如有意见或建议，请寄送中国氯碱工业协会（地址：天津市南开区白堤路186号天津电子科技中心1105室；邮编：300192；电话：022-27428255）。

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量测定方法

火焰原子光谱吸收法

1 范围

本文件规定了火焰原子光谱吸收法测定氯乙烯合成用碳载金基无汞催化剂中金含量的原理、试剂和材料、仪器设备、样品、试验步骤、数据处理、精密度和试验报告。

本文件适用于氯乙烯合成用碳载金基无汞催化剂中金含量的测定，测定范围为0.05%~2.0%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

定量的氯乙烯合成用碳载金基无汞催化剂经马弗炉高温灰化后用王水溶解，经过赶酸处理后用稀盐酸稀释定容，将试液喷入空气—乙炔火焰中，用金空心阴极灯作光源，在火焰原子吸收光谱仪上，于波长242.795 nm处测量金的吸光度，根据吸光度计算出金的质量百分含量。

5 试剂和材料

5.1 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.2 硝酸：（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.3 盐酸溶液（1+9）。

5.4 纯金（99.999%）。

5.5 王水：3体积盐酸（5.1）和1体积硝酸（5.2）混合。

5.6 金标准贮存溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：称取 1.0000 g 纯金（5.4），置于 250 mL 烧杯中，加入 25

mL 王水 (5.5)，盖上表面皿，105℃溶解完全后，取下冷却。移入 1000 mL 容量瓶中，补加 75 mL 盐酸 (5.1)，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.000 g 金。（亦可采用市售有证标准溶液。）

5.7 金标准溶液 (100 μg/mL)：准确移取 10.00 mL 金标准贮存溶液 (5.6) 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (5.3) 定容，摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 金。

5.8 石英烧杯，100 mL。

6 仪器设备

6.1 马弗炉：最高加热温度不低于 900 ℃

6.2 火焰原子吸收光谱仪：配有金空心阴极灯，备有空气—乙炔燃烧器，数据读取系统和背景校正装置。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，金的特征浓度应不大于 0.25 μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7（0.7 为最低限，视分析对象实际试验而定）。

6.3 移液管：1 mL、2 mL、5 mL、10 mL，符合 GB/T 12808 规定的 A 级。

6.4 容量瓶：100 mL、250 mL，符合 GB/T 12806。

6.5 电子天平：精密度 0.0001g。

6.6 烘箱：温度范围：10℃~200℃。

7 样品

7.1 取一定量的氯乙烯合成用碳载金基无汞催化剂样品（以下简称样品），粉状样品应混合均匀，颗粒状或棒状样品需经研钵研磨成粉状后混合均匀。

7.2 样品在 105 ℃±5 ℃烘箱中干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

7.3 试样按 GB/T 6678 进行取样称量，称量质量符合下列规定：

a) 金含量质量分数为 0.05%~1.0%时，称取 0.2 g，精确至 0.0001g。

b) 金含量质量分数为 1.0%~2%时，称取 0.1 g，精确至 0.0001g。

8 试验步骤

8.1 试样测定

8.3.1 将试样 (7.3) 置于石英烧杯 (5.8) 中，均匀铺开，盖上石英表面皿，置于马弗炉中焙烧，从室温加热至 300 ℃，保持 1 h，继续升温到 800 ℃，保持 1 h（炉门稍开），冷却后取出。

8.3.2 将 8.3.1 焙烧好的试样加 30 mL 王水 (5.5)，在电热板上加热至金溶解完全。待溶液体积剩余

10 mL左右时，取下冷却，转移至容量瓶，用盐酸溶液（5.3）定容至250 mL，摇匀待测。

8.3.3 使用空气—乙炔火焰，于火焰原子吸收分光光度计波长242.795 nm处，与系列标准溶液同时以“零”浓度溶液调零，测量空白试液和试料溶液的吸光度，从工作曲线计算出相应的金的浓度。

8.2 工作曲线的绘制

8.4.1 分别移取0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 金标准溶液（5.7）于100 mL容量瓶中，加入盐酸溶液（5.3）定容至刻度，摇匀，得到0.00 μg/mL、0.20 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL金系列标准溶液。

8.4.2 在与测量试料溶液相同的条件下，以“零”浓度溶液调零，在波长242.795 nm处，测量系列金标准溶液的吸光度，以金的质量浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线，相关系数应在0.995及以上。

8.3 平行试验

按以上步骤平行做两份试验。

8.4 空白试验

按以上步骤，随同样品做空白试验。

9 数据处理

试样中金含量以质量分数 ω （Au）计，按下式计算：

$$\omega(\text{Au}) = \frac{[\rho(\text{Au})_1 - \rho(\text{Au})_0] \times V}{m \times 10^6}$$

式中：

$\omega(\text{Au})$ ——试样金含量质量分数，%；

$\rho(\text{Au})_1$ ——从工作曲线查得的试液溶液金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$\rho(\text{Au})_0$ ——从工作曲线查得的空白溶液金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）

按照GB/T 8170进行数字修约。计算结果表示至小数点后3位。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按下表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1 重复性限

项目	数据			
金含量 %	0.05	0.10	1.00	2.00
重复性限 (r) %	0.004	0.006	0.039	0.066

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过 5%，再现性限（R）按以下表 2 数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

项目	数据			
金含量 %	0.05	0.10	1.00	2.00
再现性限 (R) /%	0.008	0.014	0.084	0.141

11 试验报告

试验报告应至少给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- c) 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 与基本分析步骤的差异；
- f) 观察到的异常现象；
- g) 试验日期。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379 测量方法与结果的准确性（正确度与精密度）
 - [2] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
-