



团 体 标 准

T/CCASC 0045—2024

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量的测定 火焰原子吸收光谱法

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

2024-12-01 发布

2025-03-01 实施

中国氯碱工业协会 发布
中国标准出版社 出版

中国氯碱工业协会于 1981 年成立,是我国成立最早的全国性工业协会之一。中国氯碱工业协会团体标准按《中国氯碱工业协会团体标准管理办法》进行制定和管理。

中国境内的团体和个人,均可提出制修订中国氯碱工业协会团体标准的建议并参与有关工作。

本文件实施过程中,如发现需要修改或补充之处,请将意见和有关资料寄送中国氯碱工业协会,以便修订时参考。

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。

本标准版权为中国氯碱工业协会所有,除了用于国家法律或事先得到中国氯碱工业协会的许可外,不得以任何形式或任何手段复制、再版或使用本标准及其章节,包括电子版、影印件,或发布在互联网及内部网络等。

目 次

前言	III
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	3
8.1 试样测定	3
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	4
10.1 重复性	4
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：贵研化学材料(云南)有限公司、内蒙古鄂尔多斯电力冶金集团股份有限公司。

本文件参与起草单位：内蒙古海驰高科新材料有限公司、陕西金泰氯碱化工有限公司、中盐吉兰泰盐化集团有限公司、内蒙古圣龙大地科技有限公司。

本文件主要起草人：李玲、曹明霞、韩冲、苏琳琳、霍中德、郭国庆、常永城、侯文明、王宏叶、李秋红、刘菁、潘瑞、李玉强、戴云生、边银山、刘海东、冯洋洋、李建、雷怀东、蒋金科、颜力、李江民。

本文件由中国氯碱工业协会负责管理和解释。

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量的测定 火焰原子吸收光谱法

警告: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。

警告:使用氢氟酸、高氯酸、盐酸和硝酸时要求戴手套、口罩和护目镜,在通风橱内操作。

1 范围

本文件规定了火焰原子吸收光谱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 0.03%~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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- 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和氢氟酸溶解,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

除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 5.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 5.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

- 5.3 氢氟酸($\rho=1.26\text{ g/mL}$)。
- 5.4 高氯酸($\rho=1.77\text{ g/mL}$)。
- 5.5 盐酸溶液(体积比:盐酸:水=1:9)。
- 5.6 纯金(99.999%)。
- 5.7 王水:3 体积盐酸(5.1)和 1 体积硝酸(5.2)混合。
- 5.8 金标准贮存溶液($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$):称取 1.000 0 g 纯金(5.6),置于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL 王水(5.7),盖上表面皿,105 °C 溶解完全后,取下冷却。移入 1 000 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 μg 金(亦可采用市售有证标准溶液)。
- 5.9 金标准溶液($100\text{ }\mu\text{g/mL}$):准确移取 10.00 mL 金标准贮存溶液(5.8)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(5.5)定容,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 金。
- 5.10 聚四氟乙烯烧杯,100 mL。

6 仪器设备

- 6.1 马弗炉:最高加热温度不低于 900 °C。
- 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 $0.25\text{ }\mu\text{g/mL}$;
 - 精密性: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、25 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 0.000 1 g。
- 6.6 烘箱:温度范围:10 °C~200 °C。
- 6.7 刚玉方舟:100 mm×30 mm×20 mm。
- 6.8 破碎机。
- 6.9 研钵。
- 6.10 尼龙筛(100 目)。

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,过 100 目尼龙筛后混合均匀。
- 7.2 样品在 105 °C \pm 5 °C 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,称量质量符合表 1 的要求。

表 1 试样质量

金质量分数/%	试样质量/g
0.03~0.1	4.0
0.1~0.5	2.0
0.5~2.0	1.0

8 试验步骤

8.1 试样测定

试样测定步骤如下。

- 将试样(7.3)置于刚玉方舟(6.7)中,均匀铺开,置于马弗炉中焙烧,焙烧过程中持续通入空气,升温至 750 °C,保持 2 h~4 h,使样品灰化完全,冷却至室温待用。
- 将焙烧好的试样转移至聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 王水(5.7),1 mL 氢氟酸(5.3),盖上表面皿,在电热板上 120 °C 加热至样品溶解完全,再加入 1 mL 高氯酸(5.4),在电热板上 180 °C 加热至无白烟冒出,冲洗表面皿,加 30 mL 盐酸溶液(5.5)溶解,转移至容量瓶,用盐酸溶液(5.5)定容至 250 mL;当样品中金含量在 1.0%~2.0% 时,定容至 500 mL 容量瓶,摇匀待测。
- 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,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金的浓度。

8.2 工作曲线的绘制

工作曲线绘制步骤如下:

- 分别移取 1.00 mL、2.00 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL 金标准溶液(5.9)于 50 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(5.5)定容至刻度,摇匀,得到 2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 金系列标准溶液;
- 在与测量试料溶液相同的条件下,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 0.999 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 $\omega(\text{Au})$ 计,按公式(1)计算:

$$\omega(\text{Au}) = \frac{[\rho(\text{Au})_1 - \rho(\text{Au})_0] \times V}{m \times 10^6} \dots\dots\dots(1)$$

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($\mu\text{g}/\text{mL}$);

$\rho(\text{Au})_0$ ——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($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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 GB/T 8170 进行数字修约。计算结果保留 3 位有效数字。

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)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

项目	数据			
金含量/%	0.050 0	0.100	1.00	2.00
重复性限(r)/%	0.001 0	0.002	0.03	0.04

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)按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

项目	数据			
金含量/%	0.050 0	0.100	1.00	2.00
再现性限(R)/%	0.001 3	0.003	0.05	0.06

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(所有部分) 测量方法与结果的准确性(正确度与精密度)
-



CCMA