

团 体 标 准

T/CCASC XXXX—XXXX

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Gold based mercury-free catalyst for synthesis of vinyl chloride—Method for
determination of gold content—Inductively coupled plasma atomic emission
spectrometry method

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中国氯碱工业协会 发布

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

目次	I
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	3
8 试验步骤	3
9 数据处理	4
10 精密度	5
11 质量控制与保证	6
12 试验报告	6

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。

氯乙烯合成用金基无汞催化剂 金含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

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性问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

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

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体原子发射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、质量控制和试验报告。

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%~1.0%。

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 6679 固体化工产品采样通则

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

一定量的氯乙烯合成用碳载金基无汞催化剂经灰化炉高温灰化后用王水溶解，经过赶酸处理后用纯水定容，在稀酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪于波长242.795 nm下检测，根据目标仪器响应强度与浓度的关系，外标法定量，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。

- 5.1 水，GB/T 6682，一级。
- 5.2 盐酸：（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 5.3 硝酸：（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。
- 5.4 氢氟酸：（ $\rho=1.26\text{ g/mL}$ ）。
- 5.5 高氯酸，（ $\rho=1.77\text{ g/mL}$ ）。
- 5.6 盐酸溶液（1+19）。
- 5.7 硝酸溶液（1+49）。
- 5.8 纯金（99.999%）。
- 5.9 王水：3 体积盐酸（5.2）和 1 体积硝酸（5.3）混合，现用现配。
- 5.10 金标准储备溶液（ $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$ ）：称取 1.0000 g 纯金（5.8），置于 50 mL 烧瓶中，加入 12 mL 王水（5.9）， $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 溶解完全后，取下冷却。移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 $1000\text{ }\mu\text{g}$ 金。（亦可采用市售有证标准溶液。）
- 5.11 金标准使用溶液（ $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ ）：准确移取 10.00 mL 金标准贮存溶液（5.10）于 100 mL 容量瓶中，用纯水定容，摇匀。此溶液 1 mL 含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 金。

6 仪器设备

- 6.1 灰化炉：最高加热温度不低于 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，可通入气体。
- 6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：仪器参数见表 1。凡达到下列指标的电感耦合等离子体原子发射光谱仪在仪器最佳工作条件下均可使用。

表 1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪指标

仪器指标	数据
分辨率	200 nm , 0.007 nm
	400 nm , 0.014 nm
	600 nm , 0.021 nm
波长范围	$167\text{ nm}\sim 852\text{ nm}$

- 6.3 微波消解仪。
- 6.4 赶酸器。
- 6.5 移液管： 1 mL 、 2 mL 、 5 mL 、 10 mL 、 25 mL ，符合 GB/T 12808 规定的 A 级。
- 6.6 容量瓶： 50 mL 、 250 mL ，符合 GB/T 12806。
- 6.7 电子天平：精密度 0.0001 g 。
- 6.8 烘箱：温度范围： $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.9 刚玉方舟： $113\text{ mm}\times 30\text{ mm}\times 18\text{ mm}$ 。
- 6.10 刚玉方舟： $150\text{ mm}\times 150\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

6.11 破碎机。

6.12 研钵。

6.13 尼龙筛：100 目。

7 样品

7.1 按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 进行采样。

7.2 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，颗粒状或柱状样品需经破碎和研钵研磨，将待测样品全部通过 100 目尼龙筛后混合均匀。

7.3 将样品在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

7.4 按表 2 称取样品质量（精确至 0.0001 g），得试样。

表 2 试样质量

金质量分数/%	试样质量/g
0.03%~0.1%	5.0000
0.1%~0.5%	2.0000
0.5%~1.0%	1.0000

7.5 若样品经破碎后检测结果偏低，可不经过破碎处理，直接原颗粒取样并煅烧，干燥样品取量为约 25 g。

8 试验步骤

8.1 试样制备

8.1.1 将试样（7.4）置于刚玉方舟（6.9）中，均匀铺开，置于灰化炉中焙烧，以 200 mL/min 持续通入空气，从室温以 $15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 2~4 h，使样品灰化完全，冷却后取出置于干燥器中。

8.1.2 将 8.1.1 焙烧好的试样从方舟中转移至消解罐，残余样品用王水对方舟进行润洗，润洗后的溶液转移至消解罐中。加入 8 mL 王水（5.9），2 mL 氢氟酸（5.4），按照表 3 微波消解仪设定程序进行消解。消解完成后，加入 0.5 mL 高氯酸（5.5），在赶酸仪上 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 赶酸约 100 min（液体大概剩余 1 mL~2 mL），用盐酸（5.6）和硝酸（5.7）各 2 mL 溶解残渣，过滤，纯水定容至 250 mL 容量瓶，摇匀，按照表 4 仪器设定条件尽快进行测试。

注：若不能及时进行测定，需妥善保存。一般应将样品溶液置于干净的塑料瓶或玻璃瓶中，密封好后存放于阴凉、避光处，保存时间不宜过长。

表 3 微波消解仪参考程序

阶段	温度/°C	时间/min	控制模式
1	150	5	标准
2	180	10	
3	200	20	

表 4 测试仪器参数设定

功率 W	载气流量 L/min	辅助气流量 L/min	冷却气流量 L/min	泵速 rmp	取样时间 s	清洗时间 s
1150	0.5	0.5~1.0	12~14	45	30	20

8.1.3 若样品为原颗粒煅烧，将试样（7.5）置于刚玉方舟（6.10）中，均匀铺开，置于灰化炉中焙烧，以 200 mL/min 持续通入空气，从室温以 15°C/min 升温至 500 °C~650 °C，保持 7~8 h，使样品灰化完全，冷却后取出置于干燥器中。

8.1.4 原颗粒样品灰化后的消解过程与 8.1.2 相同。消解液定容后，稀释 4~5 倍后测定。

8.2 标准曲线的绘制

8.2.1 分别移取 1.00 ml、2.00mL、5.00 mL、10.0 mL、25.0 mL 金标准使用溶液（5.11）于 50 mL 容量瓶中，加入纯水定容至刻度，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。

8.2.2 按照仪器设定的测试条件，测定标准系列浓度的强度，以标准浓度为横坐标，强度为纵坐标绘制标准曲线，相关系数应在 0.999 及以上。

8.3 试样测定

每个试样测定前用实验用水冲洗仪器系统直至信号降到最低，待仪器信号稳定后方可开始测定。按照与建立标准曲线相同的仪器设定条件和操作步骤进行试样的测定。

8.4 平行试验

每份样品需按以上步骤进行两次平行试验。

8.5 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，按下式（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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

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

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 ）按下表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 重复性限

项目	数据		
金含量	0.05%	0.1%	0.2%
重复性限（ r ）	0.001%	0.002%	0.004%

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 ）按下表 6 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 6 再现性限

项目	数据		
金含量	0.05%	0.1%	0.2%
再现性限（ R ）%	0.002%	0.004%	0.008%

11 质量控制与保证

11.1 要求每次空白试验中待测组分为未检出。

11.2 每次测试曲线校正点，曲线校正相对偏差小于 1%。

11.3 应用国家级或行业级标准样品（当两者都没有时，可用自制的控制样品代替），每周或两周验证一次本方法的有效性，当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核，并采取相应的预防措施。

12 试验报告

试验报告应至少给出以下几个方面的内容：

- a) 样品编号；
 - b) 选用标准（包括发布或出版年号）；
 - c) 使用方法（如果标准中包括几个方法）；
 - d) 仪器设备编号；
 - e) 分析结果及其表示；
 - f) 与基本分析步骤的差异；
 - g) 观察到的异常现象；
 - h) 试验人员与检测日期。
-