附件3：

《高铋铅化学分析方法》等7项标准预审会会议纪要

2018年9月17-19日，全国有色金属标准化技术委员会在天津市召开了有色金属标准工作会议，来自锡矿山闪星锑业有限责任公司、湖南金旺铋业股份有限公司、湖南有色金属研究院、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、郴州市金贵银业股份有限公司、湖南省有色地质勘查研究院、五矿铜业（湖南）有限公司、水口山有色金属有限责任公司、中条山有色金属集团有限公司、浙江富冶集团有限公司、富民薪冶工贸有限公司、金川集团股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司检测研究中心、广东省工业分析检测中心、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、山东阳谷祥光铜业有限公司、北矿检测技术有限公司、国家铜铝冶炼及加工产品质量监督检验中心、国家有色贵重金属检验中心、广西华锡集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广西测试中心、中金岭南邵关冶炼厂等24个单位31名代表参加了会议。

一、会议对《高铋铅化学分析方法》（共6个部分）进行了预审，形成会议纪要如下：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准名称 | 起草单位 | 后续补充工作 |
| 第1部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法 | 湖南有色金属研究院 | 1. 标定时未提及指示剂，建议在5mL饱和硫脲（3.17）后，加2滴二甲酚橙指示剂（3.12）；
2. 采用硝酸（1+4）调节溶液至pH 1.5-1.7时，溶液体积过大，建议用改用硝酸（1+1）；
3. 6.4.2冒浓烟后“取下冷却”建议改为“取下冷却至室温”，否则加0.5g酒石酸后变黑；
4. 6.4.2“保持冒浓烟2min”建议改为“保持冒浓烟5min”；
5. 6.4.4抗坏血酸用量应量化。
 |
| 第2部分：铋含量的测定Na2EDTA滴定法 | 北矿检测技术有限公司 | 1）测定范围由10.00%~40.00%改为10.00%~50.00%；2）终点突变颜色重新描述（当碲含量高时，终点突变为红色消失）；3）补充条件试验进一步优化硫脲的用量，增加2mL、3 mL、4 mL、6 mL、7 mL、8 mL硫脲的用量；4）补充条件试验进一步确定锡对铋含量的测定是否存在干扰，如果干扰存在，则提出干扰消除方案；5）补充试验确认：Ag含量较高的情况下，加入抗坏血酸时，是否因Ag+被还原而导致溶液变黑；6）Bi4和Bi5号样品重新取样作精密度数据。 |
| 第3部分：金和银含量的测定火试金重量法 | 北矿检测技术有限公司 | 1）当金粒质量小于10μg时，增加附录A：“原子吸收光谱法测定微量金”；2）1号样品重新取样作精密度数据；3）分金液杂质测定中增加铂、钯两个杂质元素，文本及试验报告中减杂公式中做相应补充；4）在原有二次试金备注中：“若熔渣量大，可更换大体积坩埚”基础上，增加了：“也可采用熔渣和灰皿分开二次试金，两个铅扣合在一起灰吹”；5）文本中银计算公式中，增加合粒扣除分金液中金质量项。 |
| 第4部分：锑量的测定火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法 | 方法1: 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司方法2: 国家有色贵重金属产品质量监督检验中心 | 方法1:1）、2.4“试样应剪碎至4mm以下”改为“试样加工至4mm以下”。2）、2.5.1试料改为用四分法按筛上、筛下质量比称取试样2.0g，精确至0.0001 g。3）、2.5.3 空白试验修改为随同试料做空白试验。4）、2.5.4.1溶样时，是否有必要加入氟化铵溶液，再补充条件试验。5）、2.5.4.2试液分取根据表1分取试液，改为根据表1分取上清试液。6）、2.5.5.1 在移取0、1.00后面加上mL。方法2：1）3.14.1 配制在不改变硫酸铈的浓度，将定容体积俢改为1000ml；2）3.14.2标定将“称取0.0500g金属锑”改为“称取0.050g金属锑，精确至0.0001g”；3）5.4.1 删除“用少量水润湿”；将“用水定容”改为“用硝酸（5+95）定容”；4）5.4.2 将“加入15ml硫酸，置于电炉上加热至酒石酸碳化”改为“加入20ml硫酸，置于电炉上先低温蒸干水分，再高温加热至酒石酸碳化”；5）5.4.4 将分两次加入指示剂改为一次性加入指示剂；6）补充碲的干扰实验；7）补充“加入盐酸后加热至微沸对锑的影响”实验。 |
| 第5部分：铜含量的测定火焰原子吸收光谱法 | 北矿检测技术有限公司 | 1. 因4#、5#样品梯度差别不大，会上经各位专家讨论，决定删除4#梯度样品。
 |
| 第6部分：锡量的测定碘酸钾滴定法 | 广东省工业分析检验中心 | 1）将3.5 Al片改为铝片；2）将3.4 还原铁粉和3.5 铝片两条放在试剂条款的第1和第2 条；3）在3.9 碘酸钾标准滴定溶液标上溶液的近似浓度；4）在3.9.1 补上标定允许极差值；5）6.4.1补充称样量由0.5g改为2g的溶样条件试验，在条件可行的情况下，建议称样量改为2g； 6）建议尝试加硫酸钾助溶；7）6.4.1 继续冒烟至约10mL去掉；8）6.4.2条，趁热过滤，改为趁热用脱脂棉过滤；9）7计算“118.69---锡的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。”放在“m0—试料质量；”之后；10）试验报告中3.7 盐酸浓度选择，应注明盐酸浓度是体积比。 |

根据会议讨论，文本中“试样”部分统一表述为“将试样加工至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过0.425mm筛，筛上、筛下分别称重后，备用”。

进度安排：2018年11月底前完成补充样品寄送，2019年1月底前提交验证报告，2019年3-4月份审定

二、会议对《铜砷滤饼化学分析方法 第1部分：铼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了预审，形成会议纪要如下：

1、铜砷滤饼测定范围上限由2.5%提高到3.0%，收集一个高含量样品验证方法适应性。（金隆铜业提供）

2、补充微波消解溶样条件试验，若可行，增加该溶样方法。

3、补充1#样品试剂用量条件试验。

4、6.4.4“蒸至小体积”改为“蒸至约40 mL”。

5、 6.1“试料”表1中称样量、定容体积作修改，定容体积修改为“100mL”，后面增加稀释步骤。

进度安排：2018年11月底前完成补充试验并提交验证报告，2018年12月份审定.