标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：铅冶炼分银渣化学分析方法第4部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  | “高温加热冒白烟30min，驱赶干净硫酸烟，取下烧杯”，因各公司加热设备的温度不一致，冒白烟30min，剩余体积不一致，改为“高温加热驱赶硫酸烟至体积为1ml左右，取下烧杯”较为合适 | 恒邦冶炼 | 不采纳 | 目测体积难以判断准确。硫酸残留对低含量锑测定有较大影响，以尽量赶尽硫酸白烟为准。 |
| 2 |  | 仪器的灯电流选择为3mA时，负高压偏高，仪器不稳定。本次试验中，我院灯电流的选择为8mA，； | 湖南有色 | 采纳。 | 现在仪器基本是自动调节，各家仪器不同，仪器测定时条件也会不同，在测定时，调至最佳条件,,满足分析要求即可。 |
| 3 |  | 工作曲线按浓度0、2μg/mL、4μg/mL、6μg/mL、8μg/mL、10μg/mL、12.00μg/mL将等分成六段，与工作曲线线性等分成五段不符。 | 湖南有色 | 不采纳 | 七个标准点都是必需的，计算工作曲线线性是可以重新划分五等分（0、2.4、4.8、7.2、9.6、12μg/mL）计算，并不抵触。 |
| 4 |  | 分别对盐酸-酒石酸混合酸. 硫酸钾. 硫酸.高氯酸等试剂进行排除,确定优级纯硫酸中锑含量比较高,通过实验 采用带试样空白蒸至近干时对测量结果影响较小 | 豫光金铅 | 不采纳 | 硫酸是对吸光度有正干扰，所以溶样方法要求蒸至无硫酸烟，尽量减少硫酸残留。 |
| 5 | -- | 实际操作时，随着高温加热，溶液体积不断减少，逐渐开始有盐类析出。继续加热会出现迸溅现象 | 北京有色 | 采纳 | 如果高温有迸溅，可以移至电热板继续驱赶硫酸烟。 |
| 6 |  | 当样品中锑含量为0.10%左右范围内时，按照试验报告中的称样量（0.30 g）和定容体积（250 mL，不分取），最终AAS直接测出的浓度＜2 μg/mL，在标准曲线第一个非零点（2 μg/mL）之下。建议增加1 μg/mL的标准点，或者改变定容体积（如100 mL）。 | 北京有色 | 不采纳 | 即使不是在标准曲线第一个非零点之下。但也是在标准曲线线性范围内，如果改变定容体积（100mL），也需带相应的试样空白，增大了工作量。 |
| 7 |  | 高温加热冒白烟30分钟，驱除干净硫酸盐，实际操作中，炉温略有不同，硫酸余量不一致影响（低含量测定原瓶）结果，硫酸余量太少时易发生喷溅。建议改为冒烟至某现象为止 | 江铜 | 不采纳 | 试样方法是蒸至无硫酸烟，尽量减少硫酸残留。冒至无烟，如有喷溅，可以控制冒烟温度或移至低温处。 |
| 8 |  | 实验报告中，“高温加热冒白烟30 min，驱除干净硫酸烟”，该过程不可能在30 min内驱除干净。 | 铜陵有色 | 不采纳 | 没有说30分钟内冒干净硫酸烟，是指冒硫酸烟30分钟，然后开始揭盖冒尽硫酸烟。 |
| 9 |  | 实验报告中，“分取体积定为15mL，定容体积定为50mL或100mL”，这个设定的体积量不合适吧？选取体积为10 mL或20 mL，是否更合适 | 铜陵有色 | 采纳 | 有15 mL的移液管，可以准确分取。如果不想分取15 mL，可以选择分取在线性测定范围内的分取体积。 |
| 10 |  | 实验中，若使用3%酒石酸-10%盐酸定容，原子吸收燃烧器很容易就结盐，严重影响样品检测。使用1%-10%盐酸定容，完全可以达到同样的掩蔽效果。可补充实验验证。 | 铜陵有色 | 采纳 | 考虑到有些单位仪器容易产生结盐现象，本方法改用 1%-10%盐酸定容，也可以达到满意的掩蔽效果。 |

说明：（1）发送《征求意见稿》的单位数：13

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：13

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：6

（4）没有回函的单位数：0

标准项目名称：铅冶炼分银渣化学分析方法第4部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  | “称取0.06500g金属锑”，由于金属锑一般呈块状，如此规定称样量是很费时费力的，也是没有必要的，建议改为“称取0.065g金属锑（精确到0.00001g） | 北矿 | 采纳 |  |
| 2 |  | “于试液中加入1/8张滤纸炭化后”，此处“1/8张”为滤纸用量的单位。一般来讲，国家和行业标准方法都要优先使用国家法定计量单位，建议此处改“加入\*\*cm2滤纸”。 | 北矿 | 采纳。 |  |
| 3 |  | 报告中先加“2滴甲基橙，2滴亚甲基蓝，用硫酸铈滴至溶液的红色消失，再补加1滴甲基橙”。可以改成刚开始就加3滴甲基橙，2滴亚甲基蓝，不影响最终结果，而且操作更方便。 | 北矿 | 不采纳 | 样品中干扰元素，如铁，铜，有颜色干扰的，补加一滴指示剂，终点颜色变化更易判断。 |
| 4 |  | 试验中甲基橙指示剂浓度为1g/L，终点变化不好观察，建议改为加4-6滴或改用浓度为5g/L的甲基橙指示剂2滴。 | 紫金矿业 | 不采纳 | 指示剂浓度已经满足终点判断。可以根据个人习惯判断终点，加入指示剂，并减去相应指示剂空白。 |
| 5 | -- | 样品终点色由红色消突变为亮青绿色 | 紫金矿业 | 不采纳 | 杂质元素含量不同，终点颜色突变有差异，终点颜色并不固定。以观察到颜色突变为准。 |
| 6 |  | 文本中标注：须将锥形瓶放于高温处溶样，否则样品前处理时间较长。 | 铜陵有色 | 不采纳 | 试验中是高温溶样。 |
| 7 |  | 溶样结束后，控制体积为15mL～20 mL硫酸，文中可指出控制这个体积的办法，如补加硫酸等 | 铜陵有色 | 不采纳 | 温度过高时，硫酸体积过少时，可以补加适量硫酸。 |

说明：（1）发送《征求意见稿》的单位数：13

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：13

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：3

（4）没有回函的单位数：0