**国家标准《锡铅焊料化学分析方法》**

**第10部分：镉量的测定 Na2EDTA络合滴定法**

**编制说明**

(计划编号：20131056-T-610)

**1 任务来源**

根据全国有色金属标准化技术委员会文件有色标委[2013]32号2013年第二批国家标准项目计划及有色标委[2014]23号关于印发《锡铅焊料化学分析方法》标准任务落实会会议纪要的安排，由云南锡业股份有限公司负责组织完成国家标准《锡铅焊料化学分析方法》修订，2014年5月5日由股份公司质量监督部组织召开会议，落实由云锡公司起草、验证部分的工作。根据由股份公司质量监督局组织分工会议，由云锡研究设计院负责对滴定法测定镉量的修订试验。

**2** **标准编写原则和编写格式**

标准修订工作严格按照GB/T 1.1、GB/T 20000、GB/T 20001、GB/T 6379有关规定进行编写。

**3 标准编写的目的和意义**

锡铅焊料主要用于电讯、电器、电力仪器、仪表及其他机械制造焊接之用，按照GB/T 8012-2013要求，含镉焊料中镉量为10.00%～20.00%。原国家标准GB/T 10574.10-2003采用Na2EDTA络合滴定法，原方法操作简单快捷，本次修订在原方法的基础上，进行了局部完善。

**4 国内外有关工作情况**

经过查询标准，目前国内外针对锡、铅及相关合金中镉量的分析方法标准有很多，以下是现有分析标准的查询结果：

 分析标准主要有如下几种：GB/T 10574.10-2003 锡铅焊料化学分析方法 镉含量测定 火焰原子吸收光谱法、络合滴定法；GB/T 10574.12-1989 锡铅焊料化学分析方法 镉含量测定 催化示波极谱法；YS/T 746.11-2010 无铅锡基焊料化学分析方法 镉含量测定 火焰原子吸收光谱法；GB/T 3260.11-2000 锡化学分析方法 镉含量测定 火焰原子吸收光谱法；GB/T 4103.14-2009 铅及铅合金化学分析方法 镉含量测定 火焰原子吸收光谱法；GB/T 5121.22-2008 铜及铜合金化学分析方法 镉含量测定 塞曼效应电热原子吸收光谱法、火焰原子吸收光谱法。

**5 标准适用范围**

本标准适用于锡铅焊料中镉量的测定，测定范围为10.00%～20.00%。

**6 实验部分**

**6.1 试剂**

 所用试剂均为分析纯，实验用水为三级水。

6.1.1 硝酸（ρ 1.42g/mL）。

6.1.2 盐酸（ρ 1.19g/mL）。

6.1.3 氨水（ρ 0.90g/mL）。

6.1.4 氨水（1+2）。

6.1.5 酒石酸溶液（200g/L）。

6.1.6 混合酸：于150mL 酒石酸溶液（2.1.5）中加入90mL硝酸和10mL盐酸，混匀。

6.1.7 六次甲基四胺溶液（200g/L）：称取100g六次甲基四胺溶于490mL水中，加入10mL盐酸，混匀，用盐酸、氨水（1.4）于pH计上调节至pH=6.00±0.02。

6.1.8 邻菲啰啉溶液（10g/L）：称取1g邻菲啰啉，溶于50mL无水乙醇中，以水稀释至100mL，混匀。

6.1.9 酒石酸钾钠溶液（100g/L）。

6.1.10 二甲酚橙溶液（5g/L）。

6.1.11 镉标准溶液：称取1.0000g金属镉（≥99.99%）置于250mL烧杯中，加入10mL王水，低温加热溶解完全，冷却，以水移入1000mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1mg镉。

6.1.12 铅标准溶液：称取2.0000g金属铅（≥99.99%）置于250mL烧杯中，加入20mL水、10mL硝酸，低温加热溶解完全，稍冷，趁热移入1000mL容量瓶中，冷却，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 2mg铅。

6.1.13 Na2EDTA标准滴定溶液[*c*（Na2EDTA）=0.0065mol/L]。

6.1.13.1 配制：称取25g乙二胺四乙酸钠（Na2C10H14N2O8·2H2O）置于250mL烧杯中，以水加热溶解，冷却后移入10L下口瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.1.13.2 标定：准确移取三份20.00mL铅标准溶液于250mL烧杯中，加入2滴二甲酚橙溶液，以氨水（2.1.4）准确调至溶液出现玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由红色突变为黄色为终点。

Na2EDTA标准滴定溶液的实际浓度按公式（1）计算：

…………………………(1)

式中：

*c* —— Na2EDTA标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

 ρ0—— 铅标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

207.2 —— 铅的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

 *V*1—— 移取铅标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

 *V*2—— 标定时，滴定铅标准溶液所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定3份，其极差不大于2×10-5mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

若采用镉标定Na2EDTA，由于纯镉会导致二甲酚橙出现僵化现象，在滴定临近终点时候，溶液的红色很淡，不宜观察。实验表明，移取25mg进行Na2EDTA的标定，Na2EDTA耗量34.45mL时候即出现假的滴定终点，计算出Na2EDTA的浓度为0.00646mol/L；若再缓慢点滴至红色退去，Na2EDTA耗量为34.83mL，计算出Na2EDTA的浓度为0.00639mol/L，这与用铅标定的值一致。所以采用铅取代镉标定Na2EDTA，标定误差小。

**6.2 仪器**

6.2.1 pH计

 pHS—3型精密pH计，上海雷磁仪器厂。

6.2.2 ICP-AES仪器

 Leeman prodigy xp 全谱直读等离子体发射光谱仪，垂直雾室，同心雾化器，石英矩管。仪器测量条件：镉测定波长226.502nm；RF功率1.2KW；冷却气18L/min；辅助气0.2 L/min；雾化器30PSI；蠕动泵控制1.4mL/min；积分时间60s；观测方式垂直；试液进样管管径Ф0.76mm。

**6.3 试验方法**

**6.3.1 试样要求**

按照锡铅焊料有关国家标准取制样。

**6.3.2 试料**

称取1.5g试样，精确至0.0001g。

**6.3.3 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**6.3.4 空白试验**

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

**6.3.5 测定**

**6.3.5.1 试料的溶解**

将试料（6.3.2）置于250mL烧杯中，加入60mL混合酸，加盖表皿，低温加热至溶解完全，以水移入200mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

分别移取10.00mL溶液于两个250mL烧杯中。

**6.3.5.2 测定**

一份试液中加入2滴二甲酚橙溶液，以氨水（2.1.4）准确调节至溶液呈现玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由红色突变为黄色为终点，记录滴定体积*V*1，此为铅、镉总量所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积。

 另一份试液中加入10mL酒石酸钾钠溶液，加入2滴二甲酚橙溶液，以氨水（2.1.4）准确调节至溶液呈现玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液、10mL邻菲啰啉溶液，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由红色突变为黄色为终点，记录滴定体积*V*2，此为铅量所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积。

**6.3.6 结果计算**

镉含量以镉的质量分数*w*Cd表示，数值以%表示，按公式（2）计算：

×100…………………………(2)

式中：

*c* —— Na2EDTA标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

 *V*1—— 测定时，滴定铅、镉总量时所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2—— 测定时，滴定铅量时所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

112.41—— 镉的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

 *m*—— 试料的质量，单位为克（g）；

 *V*—— 试液总体积，单位为毫升（mL）；

 *V*3—— 分取试液体积，单位为毫升（mL）。

**6.4 溶液滴定pH范围的控制**

**6.4.1 缓冲溶液的选择**

 原国家标准分析方法中，采用了乙酸-乙酸钠做缓冲溶液，实验表明，在六次甲基四胺缓冲体系中，滴定终点比乙酸-乙酸钠明显。原因是由于乙酸根离子对于铅、镉等金属离子有一定的络合作用，导致滴定临近终点时，溶液红色很浅，指示剂褪色迟缓，不利于准确判断滴定终点。原国家标准起草报告中，也是采取六次甲基四胺溶液做的条件实验与系统分析，结果满意。由于原起草报告中，六次甲基四胺溶液未采用盐酸调节pH值，仅用六次甲基四胺溶液调节酸度，没有定量加入，未考察缓冲量，也有可能没采用pH计全程准确考察溶液pH的变化，导致了其他人在滴定时因经验不足，结果出现波动，因而换成了乙酸-乙酸缓冲溶液。

**6.4.2 pH值的影响**

 pH值对于实验方法的两个滴定过程影响都很大，pH值一定要控制在5.8～6.2，否则滴定终点不明显。当pH<5.8时，溶液在达到滴定终点前会提前出现黄色，若用氨水再将溶液pH调节到5.8～6.2，溶液又会变成红色；当pH>6.4，二甲酚橙就会出现橙色甚至紫红色，影响终点判断。滴定pH需严格控制，于是采用pH计对样品试液滴定过程进行了全程考察，结果见表1。实验中，Na2EDTA标准滴定溶液的标定浓度为0.00639mol/L，三个代表样品所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积大约为：YT21（*V*1=39.85mL、*V*2=29.40 mL）、YT22（*V*1=41.40 mL、*V*2=25.60mL）、YT23（*V*1=43.45mL、*V*2=23.15mL）。

**表1 滴定过程中的pH值**

|  |  |
| --- | --- |
| **溶液组成** | **pH值** |
| 一级水 | 6.00 |
| 三级水 | 6.80 |
| 六次甲基四胺溶液 | 6.01 |
| Na2EDTA标准滴定溶液 | 4.67 |
| 邻菲啰啉溶液 | 7.65 |
| 用氨水将试液调至红色时 | 3.86、4.09 |
| 用氨水将试液调至红色时，加入10mL六次甲基四胺溶液 | 5.74、5.86 |
| 用氨水将试液调至红色时，加入10mL六次甲基四胺溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.60、5.70 |
| 用氨水将试液调至红色时，加入20mL六次甲基四胺溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.73、5.80 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时 | 6.16、6.22 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时，加入10mL六次甲基四胺溶液 | 5.96、5.97 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时，加入10mL六次甲基四胺溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.81、5.86 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时，加入5mL六次甲基四胺溶液 | 6.05 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时，加入5mL六次甲基四胺溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.80 |
| 用氨水将试液调至玫瑰红色时，加入20mL六次甲基四胺溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.85 |
| 试液加入10mL酒石酸钾钠溶液，用氨水调至玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺 | 5.99、6.15 |
| 试液加入10mL酒石酸钾钠溶液，用氨水调至玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液、10mL邻菲啰啉溶液 | 5.95、6.14 |
| 试液加入10mL酒石酸钾钠溶液，用氨水调至玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液、10mL邻菲啰啉溶液，30mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.82、5.91 |
| 试液加入10mL酒石酸钾钠溶液，用氨水调至玫瑰红色，加入10mL六次甲基四胺溶液、10mL邻菲啰啉溶液，50mL Na2EDTA标准滴定溶液 | 5.89、5.95 |
| 试液达到滴定终点*V*1时 | 5.80～5.87 |
| 试液达到滴定终点*V*2时 | 5.85～5.96 |

结果表明，加入10mL六次甲基四胺溶液，即可以有效控制滴定过程中溶液pH在5.8～6.2，Na2EDTA标准滴定溶液的pH值没必要调节。

**6.5** **精密度试验**

**6.5.1 称取小样量时样品分析结果**

称取0.3000g试样，加入12mL混合酸，微热溶解完全，定容于100mL容量瓶中混匀，分别移取25.00mL试液两份于250mL烧杯中，按照实验方法进行样品分析，结果见表2。

**表2 称样量0.3g时Na2EDTA标准滴定溶液滴定锡铅焊料中镉量的结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **测定结果 %** | **平均值 %** | **标准偏差** | **变异系数 %** |
| YT21 | 10.15、10.18、10.18、10.10、10.01、9.97、10.21、10.22、10.00、9.92、10.10 | 10.09 | 0.1043 | 1.03 |
| YT22 | 14.77、14.88、15.03、14.89、14.76、14.87、14.71、14.96、15.04、14.96、 14.92 | 14.89 | 0.1082 | 0.73 |
| YT23 | 19.42、19.32、19.33、19.36、19.32、19.18、19.26、19.36、19.32、19.43、19.39 | 19.34 | 0.0713 | 0.37 |

**6.5.2 采用ICP-AES进行样品分析**

采用ICP-AES法进行分析结果对比，配制50μg/mL、100μg/mL、150μg/mL、200μg/mL镉标准溶液，10%王水介质。称取0.1000g试样，加入20mL王水（1+1），加盖表皿微热溶解，以水移入100mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。选择镉测定波长226.502nm，以50μg/mL、100μg/mL、150μg/mL、200μg/mL镉标准溶液做工作曲线，进行镉的测定，结果见表3。

**表3 ICP-AES测定锡铅焊料中镉量的结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果% | 平均值% | 标准偏差 | 变异系数% |
| YT21 | 10.15、10.38、10.18、10.18、10.10、10.01、9.97 | 10.14 | 0.1343 | 1.32 |
| YT22 | 14.72、14.87、15.10、15.04、14.96、14.74、14.92 | 14.91 | 0.1427 | 0.96 |
| YT23 | 19.23、19.01、19.21、19.40、19.36、19.66、19.27 | 19.31 | 0.2004 | 1.04 |

 表2、表3结果表明，样品的Na2EDTA滴定法与ICP-AES测定法平均值一致，样品分析结果的精密度较差。试料的均匀性也许不太理想，称取1.5000g试料，加入60mL混合酸，微热溶解后，以水移入500mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。分别移取25mL进行测定，经多次测定其中铅镉总量与铅量，结果表明滴定体积差别都小于0.1mL，方法的稳定性很好。

**6.5.3 称大样量时样品分析结果**

 为了避免由于样品不均匀带来的问题，称取大样量进行考察。称取1.5000g样品，加入60mL混合酸，低温加热溶解完全，冷却，移入200mL容量瓶中（若试液总体积只有100mL会析出铅的针状沉淀），以水稀释至刻度，混匀，移取10.00mL溶液于250mL烧杯中，加入20mL水，以下同实验方法，结果见表4。

**表4 称样量1.5g时Na2EDTA滴定锡铅焊料中镉量的测定结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果% | 平均值% | 标准偏差 | 变异系数% |
| YT21 | 9.98、10.01、10.03、9.92、10.07、10.11、10.01、10.05、10.11、10.21、10.19 | 10.06 | 0.08742 | 0.87 |
| YT22 | 14.89、14.99、14.94、14.97、14.82、14.89、14.87、15.05、14.99、15.03、14.80 | 14.93 | 0.08312 | 0.56 |
| YT23 | 19.39、19.34、19.38、19.34、19.22、19.27、19.36、19.35、19.28、19.33、19.27 | 19.32 | 0.05338 | 0.28 |

**6.6 回收率试验**

 称取三个代表样各1.5000g，加入与样品镉量相当的金属镉，加入60mL混合酸，同实验方法。考虑到Na2EDTA标准滴定溶液的滴定体积与邻菲啰啉对镉的掩蔽量问题，最后定容于200mL容量瓶中，移取5.00mL进行滴定。另称取0.75g纯锡及0.75g纯铅合成样品P-1，加入一定量的金属镉，加入60mL混合酸溶解，移取10.00mL试液，按照实验方法进行测定，结果见表5。

**表5 样品加标回收**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 样量g | 加入镉量mg | 测得镉量mg | 样品含镉量mg | 回收镉量mg | 回收率% |
| YT21 | 1.5012 | 151.7 | 304.5 | 151.0 | 153.5 | 101.2 |
| YT22 | 1.5044 | 216.5 | 443.2 | 224.6 | 218.6 | 101.0 |
| YT23 | 1.5014 | 302.9 | 594.2 | 290.1 | 304.1 | 100.4 |
| P-1 | 1.5000 | 166.0 | 168.3 | —— | 168.3 | 101.4 |
| 1.5000 | 220.4 | 221.6 | —— | 221.6 | 100.5 |
| 1.5000 | 315.3 | 314.4 | —— | 314.4 | 99.7 |

**7 镉的起草及验证原始数据**

**7.1 多家单位镉的原始数据**

多家参与起草验证单位的结果见表6。

**表6 镉的原始数据汇总表/ %**

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 水平1（YT21） | 水平2（YT22） | 水平3（YT23） |
| 1、云锡研究设计院 | 9.98 | 14.89 | 19.39 |
| 10.01 | 14.99 | 19.34 |
| 10.03 | 14.94 | 19.38 |
| 9.92 | 14.97 | 19.34 |
| 10.07 | 14.82 | 19.22 |
| 10.11 | 14.89 | 19.27 |
| 10.01 | 14.87 | 19.36 |
| 10.05 | 15.05 | 19.35 |
| 10.11 | 14.99 | 19.28 |
| 10.21 | 15.03 | 19.33 |
| 10.19 | 14.80 | 19.27 |
| 2、北京矿冶研究总院 | 10.10 | 15.03 | 19.45 |
| 9.97 | 15.05 | 19.38 |
| 10.08 | 14.86 | 19.29 |
| 10.13 | 14.96 | 19.46 |
| 9.98 | 14.87 | 19.35 |
| 10.01 | 14.90 | 19.27 |
| 10.15 | 14.86 | 19.47 |
| 10.16 | 14.89 | 19.38 |
| 10.06 | 14.92 | 19.39 |
| 10.08 | 14.98 | 19.41 |
| 10.14 | 15.02 | 19.36 |
| 3、福建紫金矿冶测试技术有限公司 | 10.13 | 14.82 | 19.36 |
| 10.11 | 14.89 | 19.31 |
| 10.13 | 14.88 | 19.34 |
| 10.07 | 14.85 | 19.32 |
| 10.11 | 14.84 | 19.33 |
| 10.14 | 14.88 | 19.31 |
| 10.14 | 14.88 | 19.35 |
| 10.12 | 14.84 | 19.31 |
| 10.02 | 14.81 | 19.43 |
| 10.06 | 14.77 | 19.34 |
| 10.08 | 14.76 | 19.36 |
| 4、云湘矿冶有限责任公司 | 9.94 | 14.80 | 19.36 |
| 10.11 | 14.75 | 19.36 |
| 9.94 | 14.84 | 19.36 |
| 9.94 | 14.80 | 19.36 |
| 9.94 | 14.80 | 19.44 |
| 10.11 | 14.91 | 19.36 |
| 10.11 | 14.91 | 19.21 |
| 10.13 | 14.82 | 19.47 |
| 9.96 | 14.77 | 19.21 |
| 10.10 | 14.99 | 19.25 |
| 9.96 | 14.85 | 19.21 |

**7.2 镉的分析结果平均值**

由表5计算平均值，结果见表7。

**表7 镉的分析结果平均值**/ %

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 水平1（YT21） | 水平2（YT22） | 水平3（YT23） |
|
| 1 | 10.06273 | 14.93091 | 19.32091 |
| 2 | 10.07818 | 14.94000 | 19.38273 |
| 3 | 10.10091 | 14.83818 | 19.34182 |
| 4 | 10.02182 | 14.84000 | 19.32636 |

**7. 3 镉的分析结果标准偏差Sij**

由表5计算各实验室内标准偏差，结果见表8。

**表8 镉的分析结果的标准偏差Sij**

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 水平1（YT21） | 水平2（YT22） | 水平3（YT23） |
|
| 1 | 0.087417 | 0.083121 | 0.053377 |
| 2 | 0.067204 | 0.071274 | 0.064667 |
| 3 | 0.038589 | 0.044681 | 0.034876 |
| 4 | 0.086927 | 0.071134 | 0.092550 |

**7.4 检验一致性的数值方法**

7.4.1 Cochran检验

实验室内数据变异的检验采用Cochran检验， Cochran统计量C见表9。

**表9 Cochran统计量C**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 水平1（YT21） | 水平2（YT22） | 水平3（YT23） |
| c | 0.360401 | 0.362768 | 0.509463 |

实验室数p=4，测定次数n=11，显著水平为1%和5%时的Cochran统计量C的临界值分别为0.5536和0.4884，结果表明水平3有一个岐离值，没有离群值。

7.4.2 Grubbs检验

对实验室间的数据变异的检验采用Grubbs检验，Grubbs统计量G见表10。

**表10 Grubbs统计量G**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 单个低值 | 单个高值 | 两个低值 | 两个高值 |
| 1（YT21） | 1.323438 | 1.050565 | 0.077563 | 0.251303 |
| 2（YT22） | 0.880331 | 0.945540 | 0.004429 | 0.000177 |
| 3（YT423） | 0.788609 | 1.422749 | 0.356923 | 0.006345 |
| 离群值 | 1.496（p=4） | 1.496（p=4） | 0.000 0（p=4） | 0.000 0（p=4） |
| 岐离值 | 1.481（p=4） | 1.481（p=4） | 0.000 2（p=4） | 0.000 2（p=4） |

对一个离群观测值的格拉布斯检验，大于1%临界值的为离群值，大于5%临界值为歧离值，结果表明没有离群值和岐离值。

对两个离群观测值的格拉布斯检验，小于1%临界值的为离群值，小于5%临界值为歧离值，结果表明水平2两个高值有一个岐离值，没有离群值。

**7.5 总平均值、方差及重复性限和再现性限的计算**

各水平的mj、Srj、SRj及重复性限和再现性限的计算结果见表11。

**表10 镉的mj、Srj、SRj及重复性限r和再现性限R/%**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 水平1（YT21） | 水平2（YT22） | 水平3（YT23） |
| T1 | 442.9 | 655.04 | 851.09 |
| T2 | 4458.228 | 9751.862 | 16462.62 |
| T3 | 44 | 44 | 44 |
| T4 | 484 | 484 | 484 |
| T5 | 0.212036 | 0.190455 | 0.168127 |
| Sr2 | 0.005301 | 0.004761 | 0.004203 |
| SL2 | 0.000628 | 0.002677 | 0.000399 |
| SR2 | 0.005929 | 0.007438 | 0.004603 |
| m | 10.06591 | 14.88727 | 19.34295 |
| Sr | 0.072807 | 0.069003 | 0.064832 |
| SR | 0.077 | 0.086245 | 0.067842 |
| r | 0.206 | 0.195 | 0.183 |
| R | 0.218 | 0.244 | 0.192 |

**8 标准征求意见稿意见汇总处理表**

**表12 标准征求意见稿意见汇总处理表**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 10.8 | 以六次甲基四胺溶液取代乙酸-乙酸钠缓冲溶液 | 云锡研究设计院 | 采纳 | 改善滴定终点 |
| 2 | 10.12.2 | 以铅取代镉标定Na2EDTA标准滴定溶液的浓度 | 采纳 | 提高标定的可操作性 |
| 3 | 11.1 | 称样量以1.5g取代0.3g | 采纳 | 提高分析结果的稳定性 |
| 4 |  | 建议分析代表样品的均匀性 | 采纳 | 了解最小称样量 |
| 5 |  | 采用铅标准溶液标定Na2EDTA标准滴定溶液 | 北京矿冶研究总院 | 采纳 | 已修改 |
| 6 |  | 缓冲溶液沿用国标采用乙酸-乙酸钠体系 | 未采纳 | 此两种缓冲都可行，但六次甲基四胺稍好；另采用pH计对缓冲溶液检验、微调，可以更好的控制误差 |
| 7 |  | 2.3实验部分镉量计算公式处有多余错误公式，应予以删除 | 采纳 | 已修改 |
| 8 |  | 修改试验报告，加强条理性和规范性，避免混乱和口语化 | 采纳 | 已修改 |
| 9 |  | 在配制混合酸过程中，部分厂家生产的酒石酸易结晶析出，建议使用质量好的酒石酸 | 福建紫金矿冶测试技术有限公司 | 采纳 | 建议采用上海国药集团生产的，溶解度较高 |
| 10 |  | 样品加入混合酸后建议加盖表面皿，低温加热溶解完全 | 采纳 | 已修改 |
| 11 |  | 用氨水调节试液至玫瑰色时，应注意对玫瑰色的准确判断，因“玫瑰色”这一表述易引起歧义，建议表述为“玫红色”。 | 采纳 | 改称玫瑰红色 |
| 12 |  | 200g/L六次甲基四胺溶液pH值一定要控制在6.00（±0.02），否则样品滴定终点不易观察 | 云湘矿冶有限责任公司 | 采纳 |  |
| 13 |  | 用（1+2）氨水调样品pH值时，调至溶液刚好出现玫瑰红色即可，否则测定结果不稳定 | 采纳 |  |
| 14 |  | 做加标回收试验时，样品称1.500g，加入镉量与样品相似，测铅镉总量时，可以分取10/200mL，而测铅含量时，分取体积只能取5/200mL，否则测定结果不稳定，回收率也达不到要求 | 采纳 | 镉量较大时，需要减少试液量或增加邻菲啰啉的量 |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数： 3 个；

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数： 3 个；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：3 个；

 （4）没有回函的单位数：0 个。