附件1：

《铜冶炼烟尘化学分析方法》（第1～9部分）预审会会议纪要

2019年11月27日~29日，全国有色金属标准化技术委员会在广东省深圳市召开了有色金属标准工作会议，会上对《铜冶炼烟尘化学分析方法》（第1~9部分）进行预审。项目计划编号分别为：2018- 0527T/0528T/0529T/0530T/0531T/0532T/0533T/0534T/0535T-YS。

铜陵有色金属集团控股有限公司、富民薪冶工贸有限公司、广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、云南锡业股份有限公司、湖南有色金属研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、鲅鱼圈检验检疫局技术中心、福建紫金矿冶测试技术有限公司、贵州省分析测试研究院、北方铜业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、江西铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、大冶有色设计研究院有限公司等30余名代表出席了会议。

本次审定的标准是按照GB/T1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》编写而成。出席代表认真听取了标准起草人对标准文本、标准编制说明、技术内容和相关资料的介绍，对提交预审的标准的文本格式、技术内容、编制说明等进行了认真审定和充分讨论，并提出修改意见。会议纪要如下：

**一、共性部分**

1．统一文本封面左上角编号

2．统一原子吸收光谱法的相同部分。

2．规范化文本。

**二、各部分细节要求**

**1．第1部分铜含量的测定火焰原子吸收光谱法和碘量法**

1.1火焰原子吸收光谱法

1.1.1（2.6）试验数据处理式中：符号按从左到右，从上到下的顺序编写。

1.1.2（2.7）精密度重复性限和再现性限需要调整。

1.2 碘量法

1.2.1 标准文本的两个公式需要重新按规范进行编写。

1.2.2 称样量分段过多，建议进行合并。

1.2.3 测定步骤不用氢氟酸溶样，改用氟化铵或氟化氢铵进行溶样。

1.2.4测定步骤注1和注2合并到分析步骤中。

**2．第2部分铅含量的测定火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法**

2.1火焰原子吸收光谱法

2.1.1合理调整表1中铅质量分数，减少稀释倍数。

2.2Na2EDTA滴定法

2.2.1若滤液中铅含量较低时，铅的吸光度较低，建议可提供217.0nm作为Pb备选波长（因其强度较高），并采用氘灯扣背景。。

2.2.2实验部分3.8.4砷元素对铅含量的干扰，要求增加实验，从表中加入15mg砷，不加HBr酸，回收率达到99.2%，影响不明显，要求按系列标准方法中砷的最高含量进行加入量试验。3.8.3表11及3.8.5表13，从数据上看影响不明显，要求进一步增加实验或者再次确定。

2.2.3 1号样品，部分单位反映回色明显，要求进一进确定原因。

2.2.4（3.5.4.1）加入5mL硫酸（3.2.5），改为加入10mL硫酸（1+1）。

2.2.5（3.5.4.2）“沿杯壁加入10mL酒石酸溶液（3.2.13）”，若样品加入氢溴酸冒烟2次，已经不含锑可去掉。

2.2.6（3.5.4.3）删除“用倾泻法”。

2.2.7（3.5.4.4）“用温水将沉淀转入原烧杯中，加入50mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（3.2.15），盖上表面皿低温煮沸，待硫酸铅完全溶解后，取下，将滤纸浸入溶液中，搅拌捣碎，”改为“将滤纸和沉淀放入原烧杯中，加入50mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（3.2.15），盖上表面皿低温煮沸，待硫酸铅完全溶解后，取下。”

2.2.8 （3.5.4.5）“加热保留的滤液和洗液（3.5.4.3）至体积为100mL，加入10mL盐酸（3.2.8）”，改为“滤液加热煮沸3min~5min，加入10 mL硝酸。”

2.2.9（3.5.4.5）“加入5mL盐酸（3.2.8）”改为“加入5mL硝酸”，删除5mL硫酸。

**3．第3部分锌含量的测定火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法**

3.1 火焰原子吸收光谱法

3.1.1（2.3）仪器“不同型号仪器适当调整燃烧器角度”，增加“确保标准曲线最高点的吸光度不超过0.5”。

3.1.2标准曲线浓度较高，建议降低标准曲线的浓度、增大测试溶液的稀释倍数。

3.2 Na2EDTA滴定法

3.2.1（3.2.1）纯锌需增加清洗等处理过程；或修改为购买ZnO基准试剂。

3.2.2 样品在溶样中，建议加HBr以消除锑、铋等元素影响。

3.2.3 烟灰中铅含量较高（最高可达50%），未见有过滤除铅的步骤。

3.2.4 该方法问题较多，会后需尽快与各验证单位沟通，进一步补充完善相关实验；同时征求其他单位（非验证单位）的意见。

**4．第4部分铋含量的测定火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法**

4.1火焰原子吸收光谱法

4.1.1（2.3）根据实验报告，无背景干扰，无需进行氘灯扣背景测定。

4.1.2 称样量分段过多，建议进行合并。

4.1.3 因使用氢氟酸溶样建议将烧杯改为聚四氟乙烯烧杯。

4.2Na2EDTA滴定法

4.2.1 测定步骤不建议用氢氟酸溶样，改用氟化铵或氟化氢铵进行溶样。

4.2.2 溶样时300mL烧杯改为400mL烧杯。

4.2.3 测定时硝酸和酒石酸配成混合溶液加入。

4.2.4 抗坏血酸用量需与验证单位沟通确认。

4.2.5试验报告中增加硝酸用量条件。

4.2.6 补充高氯酸除硒后铋的回收率试验。

**5．第5部分砷含量的测定硫酸亚铁铵滴定法**

5.1（5.4.4）“再用氯化铵洗液（3.9）洗涤沉淀至滤液pH=5~6”改为“再用氯化铵洗液洗涤锥形瓶3次，洗涤沉淀至滤液pH=5~6”。

5.2（5.5.5）分成两段进行描述。

5.3（5.5.5）“在不断摇动下用滴定管继续加入相应浓度的的重铬酸钾标准滴定溶液至单质砷溶解完全，并过量15 mL~20 mL，此时溶液呈黄色”修改为“在不断摇动下用滴定管继续加入相应浓度的的重铬酸钾标准滴定溶液至单质砷溶解完全（此时无黑色沉淀），并准确过量15.00 mL~20.00 mL，记录准确体积，此时试液显黄色”。

5.4（6.1）分成两段进行描述。

**6．第6部分铟含量的测定火焰原子吸收光谱法**

6.1（2）方法提要 最后加上“用工作曲线法计算铟量”。

6.2（3.7）王水改为盐酸-硝酸混酸（3:1），文本中所有关于王水的描述均改为盐酸-硝酸混酸。

6.3在试验报告中补充铅51%对铟干扰的试验。

**7．第7部分镉含量的测定火焰原子吸收光谱法和滴定法**

7.1火焰原子吸收光谱法

7.1.1 对表1进行调整，固定定容体积，重新分段。

7.2 滴定法

7.2.1（3.2.17）“六次甲基四胺缓冲溶液（250g/L）”改成“盐酸-六次甲基四胺缓冲溶液（pH值为5.5~5.6）：称取400g六次甲基四胺，加入1000mL水和50mL盐酸（3.2.3），使之溶解并混匀，用pH计测定溶液的pH值，调pH值为5.5~5.6（pH值低于5.5时补加六次甲基四胺，pH值高于5.6时补加盐酸）”。

7.2.2（3.5.4.4）“加入3g~5g氯化铵，用氨水中和至沉淀完全并过量10mL”修改为“于滤液（3.5.4.2或3.5.4.3）中加入3g~5g氯化铵，用氨水中和至沉淀完全（铁低时用氨水中和至铜形成铜氨络离子）并过量10mL”。

7.2.3（3.5.4.5）“加入10mL硫酸”前加“在滤液（3.5.4.4）中”。

7.2.4（3.5.4.6）“滤液中按表4加入过量的Na2EDTA”改成“滤液（3.5.4.5）按表4加入过量的Na2EDTA”。

7.2.5（3.5.4.6）“5mL氟化钾溶液”后加“5mL氨水，冷却至室温”。

7.2.6（3.5.4.6）滴定终点颜色由“紫红色”改为“橙红色”。

**8．第8部分银和金含量的测定火焰原子吸收光谱法和火试金法**

8.1（1）“方法1 火焰原子吸收光谱法”改为“方法1 银含量的测定火焰原子吸收光谱法”。

8.2（2.1）“测量银的吸光度”后加上“按工作曲线法计算银量”。

8.3（2.4.2）、（3.1.2）“试样应在100°C ～105°C烘干2 h”改为“试样应在105°C ±5°C烘干2 h”。

8.4“2.5.4.3”改为“2.5.5”；“2.5.4.3.1移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.40 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液”改为“2.5.5.1移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液”；“2.5.4.3.2”改为“2.5.5.2”。

5）“3.5.4.7”改为“3.5.5”；“3.5.4.7.1移取0 mL、0.20 mL 、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL金标准溶液”改为“3.5.5.1移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL金标准溶液”；“3.5.4.7.2”改为“3.5.5.2”。

**9．第9部分锑含量的测定火焰原子吸收光谱法**

9.1 溶解盐类时是否加入需要适量酒石酸溶液防止Sb水解。

**三、要求**

1．起草单位尽快完成预审会修改意见的处理。

2．2019年12月22日前提交预审会会议纪要。

3．需要补充试验的起草单位和验证单位尽快完成相关工作。

4．2020年6月或7月终审。