附件 3

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：铜冶炼分银渣化学分析方法第7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 |  | 建议滤纸不用指定1/8滤纸，改为12cm2左右； | 大冶有色设计研究院 | 不采纳 | 试剂里已经注明滤纸直径，1/8滤纸更直观。改为12cm2左右，还得算一下。 |
| 2 |  | 标定终点和样品终点不一致，样品里含铜铁，终点颜色会出现绿、草绿、黄绿、蓝绿等多种颜色，如何确定终点？ | 山东恒邦冶炼股份有限公司 | 部分采纳 | 含铁的话，如果铁量不同，也有浅黄绿，深黄绿之分。铜也如此。主要还是靠经验。这也是初测者难以掌握的原因。目前主要靠突变来确定，温度合适的话，从浅灰色突变到绿（无论草绿，黄绿，蓝绿）还是非常明显的 |
| 3 |  | 磷酸对铁具有明显的掩蔽作用，对铜的掩蔽效果也很好，对于复杂样品，10mL肯定比5mL效果好，再参考锑精矿等标准，建议将磷酸用量由5mL改为10mL。 | 北矿检测技术有限公司 | 不采纳 | 磷酸剩余过多，终点会拖长。4号样品是最复杂的样品，从试验情况来看，是足够的。 |
| 4 |  | 有的样品溶完不清亮，特别是1号样品，有较多不溶物，建议对前两个含量较低的样品增加与碱熔-ICP法的比对结果，来验证方法的准确性。 | 北矿检测技术有限公司 | 采纳 | 数据都有，已补上。如：2号，先测得碱溶ICP结果，发现梯度更合理，才替换了原2号 |
| 5 |  | 起草单位选定滤纸用量12cm2，（1）在试验中称样量为0.2g，而本方法最高称样量为0.3g，称样量增加1.5倍，起草报告中的滤纸最低用量7cm2是否也要乘以1.5倍。（2）试验中只是随机选取了4#样品来试验，而其中的需消耗滤纸的共存元素必然不能同时都达到分银渣的上限。综合考虑，为保证还原完全，建议增大滤纸用量，选用20cm2滤纸还原。 | 北矿检测技术有限公司 | 部分采纳 | 1、7 cm2\*1.5=10.5 cm2，本实验选的是12 cm2，够的。  2、4号样品不是随机选的，是选了最复杂的样品。  3、考虑到各种复杂因素的影响，可以增加滤纸量。改为“如果20分钟内暗红色退去，补加1/8张滤纸（3.3）” |

承办人：左鸿毅 共2页 第1页

标准项目负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

联系电话：0751-8398247 2020年6月7日填写

**标准征求意见稿意见汇总处理表**

标准项目名称：铜冶炼分银渣化学分析方法第7部分锑量的测定 硫酸铈滴定法

承办人：左鸿毅 共2页 第2页

标准项目负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

联系电话：0751-8398247 2020年6月7日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章节编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 6 |  | 本报告元素干扰试验均采用加入单质元素，与金属锑一起处理，使干扰试验能模拟干扰元素在样品的溶解过程中的氧化还原状态。 | 北矿检测技术有限公司 | 部分采纳 | 实际样品中的杂质元素并不是金属状态存在。 |
| 7 |  | 建议对锑高含量样品适当减少称样量，降低干扰元素对滴定的影响，使终点更好看。 | 北矿检测技术有限公司 | 部分采纳 | 太少量，滴定误差也大。本法控制了最终硫酸酸度，可以适当通过加大体积，降低杂质离子的浓度对终点的干扰判断。 |
| 8 |  | 回函同意，无意见 | 郴州市金贵银业股份有限公司 |  |  |
| 9 |  | 回函同意，无意见 | 北方铜业股份有限公司 |  |  |
| 10 |  | 回函同意，无意见 | 湖南省有色地质勘查研究院 |  |  |
| 11 |  | 回函同意，无意见 | 广东先导稀材股份有限公司 |  |  |
| 12 |  | 回函同意，无意见 | 北矿检测技术有限公司 |  |  |
| 13 |  | 回函同意，无意见 | 广西壮族自治区分析测试研究中心 |  |  |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数：9

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：9

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：9

（4）没有回函的单位数：0