附件 3

**标准征求意见稿意见汇总处理表（方法1）**

标准项目名称： 行业标准《铜冶炼烟尘化学分析方法 第7部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法》 承办人：吕茜茜 共2页 第1页

标准项目负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司 电话：0562-5860884 2020年9月12日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章节 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 讨论稿 8 试验数据处理 | 镉含量以镉的质量分数*w*Cd计，后加一句：数值以%表示。 | 阳谷祥光铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 2 | 讨论稿 表1试液定容体积、分取量 | “镉的质量分数，%”应改为“镉的质量分数/%”，后面三列同样修改。“0.020-0.080”应改为“0.020~0.080”，下面四行同样修改。 | 采纳 |  |
| 3 | 1 | 说明哪个方法为仲裁方法 | 北方铜业股份有限公司 | 不采纳 | 不涉及仲裁 |
| 4 | 6.1 | 试样粒度建议用μm表示，与其它系列标准统一 | 采纳 |  |
| 5 | 7.1 | 建议称取试样0.10g，精确至0.0001g | 采纳 |  |
| 6 | 7.4.1 | 低温加热3-5min，建议3后面也带单位 | 采纳 |  |
| 7 | 7.4.3 | 表1 方法范围较大，建议根据含量不同称样量有所不同，分取前尽量定容体积一致 | 不采纳 | 最低含量称样量为0.10g，定容为100 mL；高含量已无法再减少称样量。 |
| 8 | 8 | 表述为“镉含量以镉的质量分数*w*Cd计，数值以%表示，用公式 （1）计算” | 采纳 |  |
| 9 |  | 无回函 | 北矿检测技术有限公司 |  |  |
| 10 |  | 无回函 | 金川集团股份有限公司 |  |  |
| 11 |  | 无回函 | 广东省科学院工业分析检测中心 |  |  |
| 12 |  | 无回函 | 富民薪冶工贸有限公司 |  |  |
| 13 |  | 无回函 | 株洲冶炼集团股份有限公司 |  |  |
| 14 |  | 无回函 | 长沙矿冶研究院有限责任公司 |  |  |
| 15 |  | 无回函 | 云南锡业股份有限公司铜业分公司 |  |  |

**标准征求意见稿意见汇总处理表（方法1）**

标准项目名称： 行业标准《铜冶炼烟尘化学分析方法 第7部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法》 承办人：吕茜茜 共 2 页 第2页

标准项目负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司 电话：0562-5860884 2020年9月12日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章节 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 16 |  | 无回函 | 鲅鱼圈检验检疫局技术中心 |  |  |
| 17 |  | 无回函 | 贵州省分析测试研究院 |  |  |
| 18 |  | 无回函 | 浙江富冶集团有限公司 |  |  |
| 19 |  | 无回函 | 中国检验认证集团广西有限公司 |  |  |
| 20 |  | 无回函 | 湖南有色地质勘查研究院 |  |  |
| 21 |  | 无回函 | 郴州市金贵银业股份有限公司 |  |  |
| 22 |  | 无回函 | 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 |  |  |
| 23 |  | 无回函 | 广西中检检测技术服务有限公司 |  |  |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数：17；

 （2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：2 ；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：2；

（4）没有回函的单位数：15。

**标准征求意见稿意见汇总处理表(方法2）**

标准项目名称：铜冶炼烟尘化学分析方法第7部分镉含量的测定 承办人: 范丽新 共2页 第1页

标准项目负责起草单位: 北矿检测技术有限公司 电话:010-59069604 2020年8月20日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  | 关于滴定终点色描述不清楚。终点色不是紫红色，应是亮黄消失，出现稳定的暗橙色。 | 紫金矿业 | 会上讨论 | 终点颜色需会上讨论 |
| 2 | 6.4.7 | 所用的Cd和Zn标液浓度较高，实验中发现吸光度值较高，曲线线性关系不好，通过调整燃烧器转角30º后，吸光度降低，线性关系明显变好。因此，建议在5.仪器一节加上“在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中（燃烧器转角20°~ 45°），镉和锌的特征浓度应不大于0.15 μg/mL”。 | 阳谷祥光 | 部分采纳 | 试验步骤中添加“调整燃烧头角度” |
| 3 | 2.4 | 只讨论了硫化铜沉淀中Cd的量可以忽略，但没有讨论Zn的量是否可以忽略。从方法严谨方面考虑建议可以将硫化铜沉淀和前面的沉淀合并一起处理。 | 阳谷祥光 | 采纳 | 试验表明，由于样品里锌含量较低，回渣里锌的含量均较低 |
| 4 | 6.4.6 | 用盐酸和氨水调节pH值时，加入量较大，后面滴定体积也很大，不易操作。因溶液体积较大，使用浓盐酸和氨水，操作时发现也能准确调节pH值，也避免了加入量过大。 | 阳谷祥光 | 不采纳 | 直接用浓盐酸和氨水产生氯化铵浓白烟且放热较明显 |
| 5 |  | 测定范围改为：5.00%～17.00%。 | 中色桂林矿产 | 采纳 |  |
| 6 |  | 测得残渣中锌、镉的质量分数计算公式应单独列出。 | 中色桂林矿产 | 采纳 |  |
| 7 | 6.4.4 | 建议加入过硫酸铵以除去溶液中一些易发生价态变化的元素，如Mn，Pb，Cr，Ni等。 | 中检广西 | 不采纳 | 所提供样品不含Mn等元素 |
| 8 | 6.4.5 | 加入5mL硫酸（3.5），此硫酸溶液为提供酸性环境用，从安全角度出发，建议加入（1+1）硫酸为宜。 | 中检广西 | 采纳 |  |

**标准征求意见稿意见汇总处理表**

标准项目名称：铜冶炼烟尘化学分析方法第7部分镉含量的测定 承办人: 范丽新 共2页 第2页

标准项目负责起草单位: 北矿检测技术有限公司 电话:010-59069604 2020年8月20日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 9 |  | 实验中未考虑铝的影响，虽然Fe能吸附掉部分Al，但溶液中Fe含量较低，故需验证是否能完全消除铝的干扰，建议补充相关实验。 | 中检广西 | 不采纳 | 试验中考虑了Al的干扰，氨水过滤，滴定前加氟化钾也是掩蔽Al |
| 10 | 1.2.4.4 | 用氨水中和至沉淀完全并过量10mL，这一步并不好控制，因为沉淀量比较少，加入氨水，看不到有明显的沉淀出现，沉淀完全的量并不好控制，有可能加入的已经过量了 | 大冶有色 | 不采纳 | 这一步骤可以参照铜的颜色变化来控制氨水的量 |
| 11 | 1.2.4.5 | 保温微沸至沉淀物凝聚，这一步对保温的时间是否有要求，应明确告知。 | 大冶有色 | 不采纳 | 文本写的煮沸5min |
| 12 | 1.2.4.6 | 用盐酸（1.1.9）和氨水（1.1.12）调溶液的pH值5.5~5.6（用pH计调），这一步加入氨水（1+1）要加20mL左右，反应放热，pH值很难稳定。建议先加10mL浓氨水，搅拌冷至室温后再用氨水（1.1.12）调溶液的pH值5.5~5.6（用pH计调）。 | 大冶有色 | 部分采纳 | 加10mL氨水可能会过量，试验确定预加5mL氨水 |
| 13 | 1.2.4.6 | 用锌标准滴定溶液（1.1.19）滴定至溶液由亮黄色变为紫红色即为终点。滴定终点由亮黄色变为紫红色，终点紫红色不是很明显，颜色很淡，是否考虑将溶液（实际滴定时溶液体积达到300mL左右）浓缩至100mL左右再滴定。 | 大冶有色 | 不采纳 | 如果终点紫红色不明显可以多加一滴指示剂，浓缩可能会使过量的硫代硫酸钠发生变化使溶液浑浊 |
| 14 |  | 无意见 | 广东先导 |  |  |
| 15 |  | 无意见 | 大冶有色 |  |  |
| 16 |  | 无意见 | 豫光金铅 |  |  |
| 17 |  | 无意见 | 铜陵有色 |  |  |
| 18 |  | 无意见 | 江西铜业 |  |  |

说明：

1. 发送征求意见函的单位：9个；
2. 收到征求意见函后，回复的单位：9个；
3. 收到征求意见函后，有意见和建议的单位：5个；
4. 没有回复意见的单位：0个；
5. 预审会提出意见单位： 个。