

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：银钨合金化学分析方法 第1部分 银含量的测定 电位滴定法

承办人：张晓

电话：13811451240

共4页 第1页

标准项目负责起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

2021年11月14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
1	8.3	溶样之前，烘干烧杯，防止硫酸冒烟时发生迸溅	中铝材料应用研究院有限公	采纳	已修改为“称取试料（8.1）置于250 mL干燥烧杯中，按表1加入硫酸铵（5.3），8 mL硫酸（5.4）”
2	8.3	本方法中溶解试样方法为“加热至浓白烟在烧杯内回流，样品溶解完全后，继续回流30 min，取下、稍冷”，但在实际溶样过程中，本单位发现试样溶解时受温度影响较大，仅通过回流时间控制可能导致部分高含量银钨合金尚未完全溶解就已取下，建议改为“加热至浓白烟在烧杯内回流，样品溶解完全后，继续回流直至溶液澄清透明，取下、稍冷”。	广东省工业分析检测中心	采纳	已修改为“样品溶解完全后，继续回流直至溶液澄清透明，取下、稍冷，趁温热用少量水吹洗表面皿和杯壁，并缓慢加水至150 mL。”
3	8.3	可适当增加硫酸和硫酸铵的量，以提高试样溶解速率和减少白色或浅黄色沉淀析出。	贵研铂业股份有限公司	不采纳	已在条件实验中进行验证，加入硫酸量过多，会影响滴定终点，硫酸铵已经是足量，且沉淀对滴定终点无影响
4	8.3	滴定时烧杯底部有沉淀，是否增加相关条件实验。	贵研铂业股份有限公司	不采纳	沉淀主要是氯化银沉淀和钨水解产生的沉淀，因产生的沉淀对银的回收率无影响，因此并不考虑此问题
5		3#样品经反复测试与给定值有差异，致使合成样也与给定值有差异，是否应该提供相关含量的样品测试。	贵研铂业股份有限公司	采纳	已经对3号样品复测

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理 意见	备注
6		在“5.5.2 标定”中增加平行标定三份数据的极差限制。	福建紫金矿业测试技术有限公司	采纳	已修改为“平行标定三份，三份标定结果极差值不应大于 0.01 mg/mL，取其平均值。”
7		溶解样品时并未加入少量水润湿样品。原因是，稍后加热冒硫酸烟时，热硫酸和水易发生迸溅。	有研亿金新材料有限公司	采纳	已修改为“称取试料（8.1）置于 250 mL 干燥烧杯中”
8		滴定前加 5mL 淀粉溶液(10g/L)，淀粉可以防止沉淀聚集，不加淀粉，有大块沉淀，加淀粉后沉淀是细碎的，不附着在电极上。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	不采纳	因沉淀并不影响回收率，因此证明对银含量的测定无影响
9		4 号合成样品，滴定结果为 80.3%左右，反推 3 号结果，就应该是 50%，但是实际滴定结果始终是 52%，不知是否样品均匀性问题？	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	采纳	已经对 3 号样品复测
10		文本中样品粒径未做描述，这种合金，很难磨碎，0.4 克，很难保证均匀性。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	不采纳	已在文本中第 7 部分给出制样要求，且根据实际试验结果表明本取样量已经满足要求
11		在试验报告的“二、实验部分—6、加标回收试验”中，回收率的计算方式存在问题，公式应为 $[(m \text{ 测得银量} - m \text{ 样品中含银量}) / m \text{ 加入银量}] \times 100\%$ ，建议进行修改。	北矿检测技术有限公司	采纳	已经根据建议在报告中增加此公式
12		无意见	江西省汉氏贵金属有限公司		
13		无意见	国合通用（青岛）测试评价有限公司		
14		无意见	洛阳栾川钼业集团股份有限公司	-	-
15		无意见	赣州有色冶金研究所	-	-
16		无意见	有研资源环境技	-	-

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理 意见	备注
			术研究院（北京）		
18		无意见	国核锆铈理化检 验有限公司	-	-
19		无意见	国家钨与稀土产 品质量监督检验 中心	-	-
20		无意见	浙江华友股份有 限公司	-	-
21		无意见	新疆湘润新材料 科技有限公司	-	-
22		无意见	西部新锆核材料 科技有限公司	-	-

说明：(1) 发送“征求意见稿”的单位数： 18 个。

(2) 收到“征求意见稿”后，回函的单位数： 18 个。

(3) 收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数： 8 个。

(4) 没有回函的单位数： 0 个。

- 说明：(1) 发送“征求意见稿”的单位数： 22 个。
- (2) 收到“征求意见稿”后，回函的单位数： 22 个。
- (3) 收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数： 7 个。
- (4) 没有回函的单位数： 0 个。