**标准征求意见稿意见汇总处理表**

标准项目名称:铜精矿化学分析方法 第18部分：砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、铬、氧化铝、氧化镁、氧化钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

方法承办人:方迪

标准项目负责起草单位:北矿检测技术有限公司 电话: 010-59069683 2022年7月09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 | 1 | 此方法增加Fe元素分析 | 赤峰云铜有色金属有限公司 | 不采纳，铜精矿中铁含量较高，不适合本方法，而且铜精矿化学分析方法 第15部分已有铁的分析方法，测定范围 8.00%~40.00% |  |
| 2 | 2 | GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶  GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管  GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管 | 赤峰云铜有色金属有限公司 | 不采纳，方法中所用玻璃器皿无需在规范性引用文件中列明 |  |
| 3 | 8.4.1.1 | 有的含铜物料用此法溶解不完全。 | 赤峰云铜有色金属有限公司 | 不采纳，本方法仅适用于铜精矿 |  |
| 4 | 8.4.2.2 | 此步骤不好控制液体体积，容易超过100ml | 赤峰云铜有色金属有限公司 | 采纳 |  |
| 5 |  | 回函，无意见 | 赤峰富邦铜业检测中心 |  |  |
| 6 | 8.4.2.3 | 8.4.2.3 移取10 mL试液（8.4.2.2），后面加一句：置于100mL容量瓶中， | 阳谷祥光铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 7 | 表3 | 8.4.2节中已经描述了Cr和Al2O3的测定步骤，包括称样量，分取体积，补加酸量等，所以表3中Cr和Al2O3的部分可以删除。 | 阳谷祥光铜业有限公司 | 不采纳，表3更为直观。 |  |
| 8 | 实验报告7.2 表24 | 铜精矿中Pb、Zn最高含量可能到12%，建议将表24中的Pb、Zn干扰上限调到12% | 阳谷祥光铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 9 | 表5 | “Al2O3”改为“Al2O3” | 巴彦淖尔西部铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 10 | 10结论 | “在10%的盐酸介质”改为“在10%的盐酸介质中” | 巴彦淖尔西部铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 11 | 4 方法提要 | 原内容：按标准工作曲线法计算各元素的质量分数。  建议内容：按标准工作曲线法计算各元素的含量。  原因：对应方法名称中：XX含量的测定。 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 不采纳，试验数据处理中最后计算的是质量分数 |  |
| 12 | 5 试剂 | 碱性熔剂为优级纯，从就低不就高原则是否考虑用分析纯熔剂？方法中铜精矿中铬和铝测定最低范围为0.04%了，且铜精矿分析也并非高纯物质的分析 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 不采纳，分析纯碱熔熔剂中存在一定的铝空白，优级纯试剂铝空白更好。 |  |
| 13 | 5 试剂 | 原内容：除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。原因：在3884.18-2014中写的为优级纯试剂。建议在试验报告中增加更换为分析纯的原因说明。 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 采纳 |  |
| 14 | 5.12 | 碱性熔剂可否直接用氢氧化钾或者氢氧化钠再加少量的过氧化钠在700℃下熔融？利用铬和铝的两性性质，在强碱性介质中可溶直接过滤再酸化处理后测定？ | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 不采纳，使用铂金坩埚不宜加入过氧化钠。 |  |
| 15 | 5.29 氩气（wAr≥99.99％）。 | 原内容： 氩气（wAr≥99.99％）。  建议内容：氩气（*w*Ar≥99.99％）。  原因：建议格式与前面*w*MgO等相同。 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 采纳 |  |
| 16 | 6 仪器 | 方法中给出推荐的各检测元素测定使用的波长，是否加上要根据具体的样品组成和干扰情况来确定实际使用波长 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 采纳 |  |
| 17 | 8.4.1.1 | 建议酸溶时使用的250mL聚四氟乙烯烧杯改为150mL或者是200mL的聚四氟乙烯烧杯，这样更有利于样品的溶解和烧杯底部不易干结 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 不采纳。控制好溶样温度。 |  |
| 18 | 8.4.2.3 | 原内容：移取10mL试液（8.4.2.2），补加20mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。  建议内容：请表述用水稀释至多少ml容器的刻度。  或者参照8.4.1.2 写成按表3分取试液，用水稀释至刻度，混匀。 | 山西紫金矿业有限公司技术中心 | 采纳，同第6条。 |  |
| 19 | 试验报告6 方法检出限 | 6.1“砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、镁、钙测定11次试剂空白溶液，计算标准偏差，以3倍的标准偏差为检出限，5倍的检出限为测定下限”，  以“5倍的检出限为测定下限”依据什么文件？  6.2 铬、铝  测定11次样品空白溶液，计算标准偏差，以3倍的标准偏差加样品空白值为检出限，结果见表19  此处也应该和6.1一致，提供“测定下限”？ | 连云港海关综合技术中心 | 不采纳，。GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南中有说明：通常情况下，只有当目标分析物的含量在接近于“零”的时候才需要确定方法的检出限（LOD）或定量限（LOQ）。当分析物浓度远大于LOQ时，没有必要评估方法的LOD和LOQ。 |  |
| 20 | 5.22 | 金属铝用盐酸溶解效果是否会更好？ | 包头稀土研究院 | 不采纳，用盐酸和硝酸溶解均可。 |  |
| 21 | 5.26 | 氧化钙、氧化镁标准贮存溶液为盐酸介质，与铅一起配成混标是否合适？ | 包头稀土研究院 | 不采纳，盐酸浓度比较高对铅无影响。 |  |
| 22 | 封面 | “中华人民共和国国家国家质量监督检验检疫总局”改为“国家市场监督管理总局” | 广东省科学院工业分析检测中心 | 采纳 |  |
| 23 | 5 试剂 | “除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。”中 “分析纯”改为 “优级纯” | 广东省科学院工业分析检测中心 | 采纳 |  |
| 24 | 8.5 | 铬、氧化铝工作曲线的配制移取0mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、10.00 mL、20.00 mL，建议把2.00mL改成5mL | 湖南柿竹园有色金属有限责任公司 | 采纳 |  |
| 25 | 4 | “试料用混合溶剂熔融，在稀盐酸介质中。”  更改为“试料用混合溶剂熔融，用盐酸浸出熔块，在稀盐酸介质中。” | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 不采纳。原表述即可。 |  |
| 26 | 5 | 试剂排序按照先市售后配制，先固体后液体的顺序排列。 | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 采纳 |  |
| 27 | 5.21/5.22 | “1 mL含500 μg”，描述保持与其他标准溶液一致，改为“1 mL含0.5 mg” | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 采纳 |  |
| 28 | 6 | 仪器短期稳定性2%有点太大，对于高含量检测时偏差会比较大。 | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 不采纳。能够满足测定要求。 |  |
| 29 | 表3 | 建议将表3中铬、氧化铝和其他检测项目分开。 | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 不采纳。按标委会要求合并。 |  |
| 30 | 8.5 | 工作曲线B中加入试样空白10mL，实际为基体匹配溶液，建议在试剂中对基体匹配溶液的制备进行描述。 | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司 | 不采纳。基本匹配溶液是随同试样的试剂空白。 |  |
| 31 | 8.4.2.1 | 三氧化二铝的测定，用碱熔溶解样品，采用铂金坩埚对于工厂实验室，大批量做损耗大，成本高。碱熔产生的离子强度比较大，盐分高，对设备容易产生堵塞。  建议保留碱熔，增加酸溶，用聚四氟乙烯烧杯溶解样品，王水,70%氢氟酸（1+1），硫酸来溶解样品。 | 云锡股份有限公司铜业分公司 | 不采纳。采用碱熔能实现铝和铬的同时ICP测定。碱熔后的溶液经过稀释后测定对仪器测定基本没问题，采用硫酸溶样不能确保铝完全溶解。 |  |
| 32 | 文本 | 文本：碱熔法处理铜精矿中铬和氧化铝，存在腐蚀铂坩埚的风险，建议在选择铂坩埚熔融铬和铝元素的时候，补充“根据实际情况，选用镍坩埚熔融铝元素、铝坩埚熔融铬，同步考虑基体对测定元素的影响。 | 广州省韶关市质量计量监督检测所，中条山有色金属集团公司，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 33 | 文本 | 文本：4 方法提要在“试料用混合溶剂熔融，”处增加“用盐酸浸出熔块 | 酒泉钢铁（集团）有限责任公司，广州省韶关市质量计量监督检测所 | 采纳 |  |

1. 发送征求意见函的单位：13 个；
2. 收到征求意见函后，回复的单位：13个；
3. 收到征求意见函后，有意见和建议的单位： 12个；
4. 没有回复意见的单位： 1个；