附件2：标准征求意见稿意见汇总处理表

**标准征求意见稿意见汇总处理表**

标准项目名称：铋精矿化学分析方法 第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

承办人：

标准项目负责起草单位：长沙矿冶院检测技术有限责任公司

电话：14789540463

2023年7月25日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章节 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 7.4.2.1 | 建议在“最后滴加稀重铬酸钾溶液至蓝色褪去”后增加“或待空气中的氧氧化至蓝色消失”。 | 中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司 | 不采纳 | 空气中的氧使蓝色消失后，需补加三氯化钛直至蓝色重现，再滴加稀重铬酸钾重新将蓝色褪去，否则会影响实验结果。 |
| 2 | 5.20 | 加入10 mL氯化铵饱和溶液（5.10），5.10是硫酸（1+1），建议删掉（5.10）。 | 中国检验认证集团广西有限公司 | 不采纳 | 已将“10 mL氯化铵饱和溶液”改为“10 g氯化铵”，并在试剂中添加氯化铵的序号。 |
| 3 | 5.22 | 稀重铬酸钾溶液：重铬酸钾标准滴定溶液与水以1:1的体积配制，因重铬酸钾溶液过量会影响最终结果，建议体积配制改成1:2。 | 不采纳 | 以1:1体积配制的稀重铬酸钾溶液不会导致过量的情况出现。 |
| 4 | 8.4.4 | 硫氰酸钾溶液（5.11）应为硫氰酸钾溶液（5.13）。 | 采纳 | 已修改 |
| 5 | 7.4.2.1 | 此处会存在加二氯化锡溶液过量至试液无色的情况，是否考虑添加注解“如氯化亚锡溶液过量，溶液成无色，可滴加高锰酸钾溶液(4 g/L)至溶液呈微黄色”。 | 采纳 | 已添加 |
| 6 | 5.12 | （5.17）标注错误 | 湖南株冶有色金属有限公司 | 采纳 | 已修改 |
| 7 | 7.3 | 用硫酸亚铁代替试样做空白试验描述有误，本次试验过程采用的随同试样做空白试验。 | 采纳 | 已修改 |
| 8 | 7.4.1.1.1 | 加硫酸（1+1）冒烟，对冒烟程度和时间无表述。 |  |  |
| 9 | 7.4.1.1.1 | 硫酸冒烟后加入氢溴酸易溅跳，建议冷却以后再加氢溴酸，表面皿也不宜移去，防溅跳影响结果准确性。 | 采纳 | 已修改 |
| 10 | 7.4.1.1.2 | 加入过量氨水加热煮沸，煮沸时间无表述。 | 不采纳 | 已修改操作，无需煮沸，加完氨水静置片刻即过滤。 |
| 11 | 7.4.1.1.4 | 洗沉淀，建议用热的盐酸（1+1）和热水交替洗涤，能更快将滤纸洗至无黄色。 | 采纳 | 已修改，为了控制酸度、使滴定终点颜色易判断，使用浓度较低的盐酸洗涤滤纸。 |
|  | 7.4.2.1 | 二氯化锡溶液（5.14）调试溶液呈微黄色，容易调过，建议二氯化锡溶液的浓度稀一点。 | 采纳 | 已修改，同时增加了还原时二氯化锡滴加过量的补救措施。 |
|  | 7.4.2.1 | 滴加三氯化钛溶液，试液变蓝色，呈稳定的蓝色多长时间不褪色无表述。 |  |  |
|  |  | 试验报告中排除其他元素干扰试验对样品编号无说明，与精密度试验样品结果不一致。 | 采纳 | 其他元素干扰试验使用的是标准物质，已增加其铁的标样值。 |
|  |  | 注意标准中格式描述及字体是否符合标准规范。 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 采纳 | 已修改 |
|  | 7.4.1.1.1 | “加入5 mL硝酸（5.2）、5 mL硫酸（5.11），继续加热至冒烟，加入5 mL氢溴酸（5.5）”，建议冒烟后取下稍冷后再加氢溴酸，并保持在低温下加热，以避免氢溴酸挥发过快，影响除砷效果。 | 北矿检测技术股份有限公司 | 采纳 | 已修改 |
|  | 5.21 | 配制重铬酸钾前加上烘干处理，不需要用沸水配制其溶液。 | 采纳 | 已修改 |
|  | 5 | 建议删去浓度为0.05 mol/L的重铬酸钾溶液，在该质量分数范围内的铁只用0.025 mol/L进行滴定也能实现一定的滴定体积，减小滴定误差。 | 采纳 | 已修改 |
|  | 7.2 | 试样量建议修改为0.20g。 | 采纳 | 已修改 |
|  | 7.4.1.1.4 | 酸洗时，建议先用定量20 mL的热1：1盐酸把大部分沉淀洗下去，再用更稀的盐酸洗液，能更好控制酸度。 | 采纳 | 已修改 |
|  |  | 钼干扰试验中，在铁标准溶液中加入大于2 mg钼时，滴定现象异常，结果偏高，建议在0~2mg间增加钼的干扰试验，同时，建议补充钼干扰的消除方案。 | 采纳 | 已增加试验和消除方案，但4 mg以下的钼添加量实验现象正常，结果基本一致。 |
|  | 7.4.1.1.1 | “8.4.1 加入5mL氢溴酸（5.5），移去表面皿，蒸至近干，取下冷却。”修改为：“8.4.1 加入5mL氢溴酸（5.5），半开表面皿，蒸至近干，取下冷却。” | 郴州市产商品质量监督检验所 | 采纳 | 已修改 |
|  | 7.4.2 | 建议用盐酸溶解沉淀后，即酸化后，往溶液中加20 mL硫磷混酸（3:3:4），摇晃30s使溶液充分均匀。在电热板上将体积浓缩至冒硫酸烟拿下，冷却后，加20mL的盐酸（1：4），再用二氯化锡还原至浅黄色；加水50mL后冷却，再滴定。 | 不采纳 | 在电热板上浓缩体积是最初的方案，在控制酸洗时酸度后，不需上炉子浓缩体积也可正常滴定，修改后的过程更节约时间。 |
|  |  | 建议在验证报告其他元素干扰实验中加上铁标样的值。 | 采纳 | 已修改 |
|  |  | 无意见 | 湖南柿竹园有色金属有限责任公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 铜陵有色金属集团控股有限公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 紫金铜业有限公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 昆明冶金研究院有限公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 呼伦贝尔驰宏矿业有限公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 大冶有色设计研究院有限公司 |  |  |
|  |  | 无意见 | 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 |  |  |
| 4 |  | 无意见 | 山东恒邦冶炼股份有限公司 |  |  |
| 5 |  | 无意见 | 云南云铜锌业股份有限公司 |  |  |

说明：（1）发送《征求意见稿》的单位数：15；

 （2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：15；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：6；

（4）没有回函的单位数：0。

北矿检测

把氟化钠换成氟化铵，后者更容易挥发

酸洗时，先用稀的盐酸洗液把大部分沉淀洗下去，再用热的20 mL的1：1盐酸进行酸洗，体积大约100~120 mL。加热一下再用二氯化锡还原。

配制重铬酸钾时加上烘，不要用沸水

配制钨酸钠时也不要加热，常温