

中华人民共和国国家标准

钼铁化学分析方法

孔雀绿分光光度法测定锑量

UDC 669.15'28
: 543.42: 546
. 86
GB 5059.2—85

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The malachite green spectrophotometric method
for the determination of antimony content

本标准适用于钼铁中锑量的测定。测定范围：0.005~0.120%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸溶解，硫酸处理冒白烟，以盐酸溶解盐类，在酸性溶液中加入二氯化锡，将锑还原成三价，然后以亚硝酸钠将三价锑氧化成五价，以尿素破坏过剩的亚硝酸钠，加入孔雀绿与五价锑生成绿色络合物，以甲苯萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硝酸（1+3）。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 硫酸（1+1）。

2.4 硫酸（1+8）。

2.5 二氯化锡溶液（10%）：称取10g二氯化锡，溶解于100ml盐酸（2.2）中，混匀。

2.6 亚硝酸钠溶液（10%）。

2.7 尿素溶液：称取50g尿素，溶解于50ml热水中，混匀。冷却至室温。

2.8 孔雀绿溶液（0.5%）：称取0.5g孔雀绿，溶解于100ml乙醇（3+1）中，混匀。

2.9 甲苯。

2.10 锑标准溶液

2.10.1 称取0.1g纯锑，溶解于50ml硫酸（比重1.84）中，再加入50ml硫酸（比重1.84），冷却。移入预先盛有600ml水的1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg锑。

2.10.2 移取10.00ml锑标准溶液（2.10.1），置于500ml容量瓶中，以硫酸（2.4）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含2μg锑。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

国家标准局1985-04-15发布

1986-01-01实施

GB 5059.2—85

称取0.2000g试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于250ml烧杯中,加入20ml硝酸(2.1),盖上表皿,缓慢加热溶解试样,待试样溶解后,加入10ml硫酸(2.3),蒸发冒白烟,冷却。以水洗净杯壁重新加热至冒白烟,以80ml盐酸(2.2)溶解盐类,溶液移入100ml容量瓶中,以盐酸(2.2)洗净烧杯并将溶液稀释至刻度,混匀。

5.3.2 移取10.00ml溶液,置于150ml分液漏斗中。加入盐酸(2.2)使溶液体积为20ml,加入10ml硫酸(2.3),冷却。加入1ml二氯化锡溶液(2.5)、2ml亚硝酸钠溶液(2.6),振摇5min,加入1ml尿素溶液(2.7)、70ml水、1.00ml孔雀绿溶液(2.8),振摇2或3次,加入20ml甲苯(2.9),振摇1min,分层后弃去水层,将甲苯层移入比色皿中,以甲苯为参比,于分光光度计波长640nm处测量其吸光度。

5.3.3 减去随同试样所做空白试验的吸光度,从工作曲线上查出相应的铈量。

5.4 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、12.00ml铈标准溶液(2.10.2)置于一组250ml烧杯中,加入20ml硝酸(2.1)、10ml硫酸(2.3),蒸发至冒硫酸白烟,冷却。以水洗净杯壁并重新蒸发至冒白烟,加入10ml盐酸(2.2),将溶液移入150ml分液漏斗中。以下按5.3.2项进行。减去试剂空白的吸光度。以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 计算

按下式计算铈的百分含量:

$$\text{Sb}(\%) = \frac{m_1}{m_0 \cdot r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铈量, g;

m_0 ——试样量, g;

r ——试样溶液分取比。

分析结果精确至小数点后第三位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

铈 量	允 许 差
0.005~0.008	0.003
>0.008~0.020	0.004
>0.020~0.050	0.006
>0.050~0.120	0.008

%

GB 5059.2—85

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 580—65《钼铁化学分析方法》作废。