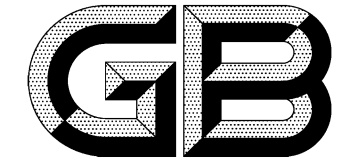


ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5059.2—2014  
代替 GB/T 5059.2—1985

GB/T 5059.2—2014

## 钼铁 锑含量的测定 孔雀绿分光光度法

Ferromolybdenum—Determination of antimony content—  
Malachite green spectrophotometric method

中华人民共和国  
国家标准  
钼铁 锑含量的测定  
孔雀绿分光光度法  
GB/T 5059.2—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-49582 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 5059.2—2014

2014-06-09 发布

2015-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

此溶液 1 mL 中含 2.0 μg 锑。

## 5 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料量

称取 0.20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(4.2),盖上表皿,缓慢加热溶解试料,待试料溶解后,加入 10 mL 硫酸(4.4),蒸发至冒硫酸白烟,取下冷却。以水洗净杯壁重新加热至冒硫酸白烟,用 80 mL 盐酸(4.3)溶解盐类,移入 100 mL 容量瓶。用盐酸(4.3)洗净烧杯并将溶液稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取 10.00 mL 溶液(6.3.1),置于 150 mL 分液漏斗中。加入盐酸(4.3)使溶液体积为 20 mL,加入 10 mL 硫酸(4.4),冷却。加入 1 mL 氯化亚锡溶液(4.6)、2 mL 亚硝酸钠溶液(4.7),振荡 5 min,加入 1 mL 尿素溶液(4.8)、70 mL 水、1.00 mL 孔雀绿溶液(4.9)振荡 2~3 次,加入 20 mL 甲苯(4.1)振荡 1 min,分层后弃去水层。

6.3.3 将甲苯层移入比色皿中,以甲苯为参比,于分光光度计波长 640 nm 处,测量其吸光度。减去随同试料所做空白试验的吸光度,从校准曲线上查出相应的锑含量。

### 6.4 校准曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、12.00 mL 锑标准溶液(4.10.2),置于一组 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.2),10 mL 硫酸(4.4),蒸发至冒硫酸白烟,冷却。用水洗净杯壁并重新蒸发至冒白烟,加入 10 mL 盐酸(4.3),将溶液移入 150 mL 分液漏斗中。以下按 6.3.2 进行。减去试剂空白的吸光度。以锑量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 7 结果计算

按式(1)计算锑的含量(质量分数):

$$w(\text{Sb}) = \frac{m_1}{m_0 \gamma} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得的锑量,单位为克(g);

$\gamma$ ——试料溶液分取比;

$m_0$ ——试料量,单位为克(g)。

## 前 言

GB/T 5059《钼铁》分为如下部分:

- 第 1 部分:钼铁 钼含量的测定 钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法;
- 第 2 部分:钼铁 锑含量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 3 部分:钼铁 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:钼铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:钼铁 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法;
- 第 7 部分:钼铁 碳含量的测定 红外线吸收法;
- 第 9 部分:钼铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法。

本部分为 GB/T 5059 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5059.2—1985《钼铁化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定锑》。本部分与 GB/T 5059.2—1985 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 增加了第 2 章和第 9 章的内容;
- 增加了警告内容。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:袁萍、张宇帅、贾欣、吴丽玉、高玉敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5059.2—1985。