

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