

# 中华人民共和国国家标准

## 银 化学分析方法 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚 分光光度法测定锑量

GB 11067.4—89

Silver—Determination of antimony  
content—2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5-  
diethylaminophenol spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中锑含量的测定方法。

本标准适用于银中锑含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.005 0%。

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

### 3 方法原理

试样用硫酸分解，氯化银沉淀分离银，在含聚乙二醇辛基苯基醚(OP)水相中，2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚与锑和碘离子形成三元络合物，于分光光度计波长618 nm处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

4.2 硫酸[ $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ ]。

4.3 硫酸(1+9)。

4.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.5 盐酸(1+4)。

4.6 盐酸(2+98)。

4.7 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚溶液(0.02%)：用乙醇配制。

4.8 OP溶液(5%V/V)。

4.9 碘化钾溶液(25%)。

4.10 酒石酸溶液(0.2%)。

4.11 硫脲溶液(10%)。

4.12 锑标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯金属锑(99.95%)，置于100 mL烧杯中，加入5 mL硫酸(4.1)，加热溶解，取下冷却，移入1 000 mL容量瓶中，用硫酸(4.3)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$  锑。

4.13 锑标准溶液：移取8.00 mL锑标准贮存溶液(4.12)于200 mL容量瓶中，用硫酸(4.3)稀释至刻

中国有色金属工业总公司1989-01-28批准

1990-02-01实施