

中华人民共和国国家标准

# 硬质合金化学分析方法 电位滴定法测定钴量

UDC 669.018.25  
: 543.257.1  
: 546.73  
GB 5124.3—85

Methods for chemical analysis of hardmetals  
The potentiometric method for the determination  
of cobalt content

本标准适用于碳化物与粘结金属的混合粉（无润滑剂和粘结剂）和各种牌号的预烧结或烧结过的硬质合金中钴量的测定。测定范围：1.00%以上。

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》。

本标准等效采用国际标准ISO 3909—1976《硬质合金—钴的测定—电位滴定法》。

## 1 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，在强氨性介质中用过量的铁氰化钾将钴氧化成三价状态。用硫酸钴溶液以电位滴定法反滴过量的铁氰化钾。

钒和锰同样被铁氰化钾氧化。钒定量地参加反应，其含量若小于0.50% (m/m) 可以进行校正。

若试样中铌钽总量低于0.02% (m/m)，则锰量高至0.20% (m/m) 时仍可几乎定量反应。若铌钽总量超过0.02% (m/m)，锰量只有低于0.03% (m/m) 时本方法才能使用。

## 2 试剂

2.1 硫酸铵。

2.2 盐酸（比重1.19）。

2.3 氢氟酸（比重1.12）。

2.4 硝酸（比重1.42）。

2.5 硫酸（比重1.84）。

2.6 氢氧化铵（比重0.90）。

2.7 柠檬酸铵溶液：溶解100g柠檬酸于900ml水中，再加入100ml氢氧化铵（2.6），混匀。

2.8 硫酸钴标准溶液：称取3.0000g金属钴，置于500ml烧杯中，加入100ml硫酸（1+5），盖上表皿，置于低温电炉上缓慢溶解。待溶解完全后冷至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1L含3g钴。

此标准溶液也可用硫酸二铵钴或硫酸钴配制。必要时，其浓度可用1-亚硝基-2萘酚重量法或电解法标定。

2.9 铁氰化钾标准溶液（1L约相当于3g钴）。

### 2.9.1 配制

溶解17g铁氰化钾于1000ml水中，混匀，置于棕色瓶内。保存于阴暗处。

### 2.9.2 标定

于400ml烧杯中加入5g硫酸铵（2.1）、40ml柠檬酸铵溶液（2.7）、100ml水和80ml冷氢氧化铵

采用说明：国际标准为无润滑剂。

(2.6), 用滴定管加入9.00 ml铁氰化钾标准溶液(2.9), 所用体积为 $V_3$ 毫升。立即用硫酸钴标准溶液(2.8)滴定, 所用体积为 $V_4$ 毫升。

按公式(1)计算铁氰化钾标准溶液相当于硫酸钴标准溶液的体积比:

$$K = \frac{V_4}{V_3} \dots \dots \dots (1)$$

2.10 甲基红指示剂溶液(1g/L)或pH 3~5精密试纸。

### 3 仪器

3.1 电位滴定仪: 带搅拌装置。

3.2 铂电极。

3.3 甘汞电极或钨电极<sup>①</sup>。

3.4 10 ml滴定管。

### 4 试样

在不会改变样品成分的研钵中, 将试样研碎成粉末, 并通过0.18 mm筛孔。

### 5 分析步骤

#### 5.1 测定数量

分析时应称取二份或三份试样进行测定。

#### 5.2 试样量

根据钴量称取0.1000~0.5000g试样。

#### 5.3 测定

##### 5.3.1 溶样

将试样(5.2)置于400 ml烧杯中, 加入5 g硫酸铵(2.1)、10~15 ml硫酸(2.5)和3 ml盐酸(2.2), 盖上表皿, 加热至试样完全溶解, 冷却。分次缓慢地加入40~50 ml柠檬酸铵溶液(2.7), 用20~50 ml水冲洗表皿和杯壁, 温热至全部盐类溶解, 充分冷却。

亦可采用下述方法溶解试样。将试样(5.2)置于400 ml聚丙烯烧杯(或铂皿)中, 加入10 ml水和5 ml氢氟酸(2.3), 并用聚丙烯表皿盖上烧杯。加热到近60℃, 滴加硝酸(2.4)至试样完全溶解, 冷却。分次缓慢地加入10 ml硫酸(2.5)、40~50 ml柠檬酸铵溶液(2.7)。(如果有钒存在, 将溶液加热并再一次冷却)。用20~50 ml水冲洗表皿和杯壁。充分冷却。

##### 5.3.2 中和

加一小块精密试纸或1滴甲基红指示剂溶液(2.10), 以氢氧化铵(2.6)小心中和大量的酸至pH 3~5。防止过量地中和。充分冷却。

##### 5.3.3 滴定

加入80 ml预先冷却到10℃的氢氧化铵(2.6), 立即用滴定管加入过量的铁氰化钾标准溶液(2.9), 所用体积为 $V_1$ 毫升。立即用硫酸钴标准溶液(2.8)反滴定, 所用体积为 $V_2$ 毫升。

### 6 分析结果的计算

6.1 按公式(2)计算钴的百分含量:

$$Co(\%) = \frac{(K \cdot V_1 - V_2) \cdot T}{m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中:  $K$ ——2.9.2款中已规定;

采用说明: 国际标准为钨丝或其他参比电极。

- $V_1$ ——加入的铁氰化钾标准溶液的体积；  
 $V_2$ ——反滴定所耗的硫酸钴标准溶液的体积；  
 $T$ ——标定后硫酸钴标准溶液所含钴量，g/ml；  
 $m$ ——试样量，g。

## 6.2 校正

下列修正值可作试验性规定：

钒：0.100% (m/m) 钒相当于0.116% (m/m) 钴。

锰：0.100% (m/m) 锰相当于0.107% (m/m) 钴。

## 7 允许差

二个或三个独立测定结果的极差值应不大于下表所列允许差：

%

钴 量	二个独立测定结果的允许差	三个独立测定结果的允许差
1.00~5.00	0.10	0.12
>5.00~8.00	0.15	0.18
>8.00~20.00	0.20	0.25
>20.00	0.30	0.35

以合格测定值的算术平均值为最终结果。

### 附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准主要起草人张泾、王吉申。