

UDC 669.018.25 : 543.257.1 : 546.73



# 中华人民共和国国家标准

GB 5124.3—85

---

## 硬质合金化学分析方法 电位滴定法测定钴量

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

1985-04-24 发布

1986-02-01 实施

国家 标 准 局 批 准

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。