



中华人民共和国国家标准

GB/T 5124.3—2017/ISO 3909:1976
代替 GB/T 5124.3—1985

硬质合金化学分析方法 第3部分：钴量的测定 电位滴定法

Hardmetals—Part 3: Determination of cobalt—Potentiometric method

(ISO 3909:1976, Hardmetals—Determination of cobalt—
Potentiometric method, IDT)

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 5124《硬质合金化学分析方法》分为4个部分：

- 第1部分：总碳量的测定 重量法；
- 第2部分：不溶(游离)碳量的测定 重量法；
- 第3部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第4部分：钛量的测定 过氧化氢分光光度法。

本部分为GB/T 5124的第3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 5124.3—1985《硬质合金化学分析方法 电位滴定法测定钴量》，与GB/T 5124.3—1985相比主要变化如下：

- 将“4.3 甘汞电极或钨电极”改为“6.3 钨丝电极或其他参比电极”；
- 将“7 分析结果的计算”改为“9 分析结果的表述”，并补充了“计算结果精确到0.01%”；
- 将“8 允许差”改为“9.3 允许差”，并补充了“9.4 最终结果以合格测定值的算术平均值为报出结果，精确到0.1%”。

本部分使用翻译法等同采用ISO 3909:1976《硬质合金 钴量的测定 电位滴定法》。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：株洲硬质合金集团有限公司、深圳市注成科技股份有限公司、有色金属技术经济研究院。

本部分主要起草人：王辉平、张颖、郭丽萍、赵声志、赵国明、莫子璇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5124.3—1985。

硬质合金化学分析方法

第 3 部分：钴量的测定 电位滴定法

1 范围

GB/T 5124 的本部分规定了电位滴定法测定硬质合金中钴量。

2 适用范围

GB/T 5124 的本部分适用于碳化物与粘结金属的混合粉(无润滑剂)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%(质量分数)以上。

3 方法原理

在强氨性介质中用过量的铁氰化钾(Ⅲ)将钴氧化成三价。用硫酸钴溶液以电位滴定法返滴过量的铁氰化钾。

4 干扰元素

钒和锰等干扰元素的影响应予以考虑。钒和锰同样被铁氰化钾(Ⅲ)氧化。钒定量地参加反应,其含量小于 0.5%(质量分数)可以进行校正。

若试样中钼铌总量低于 0.02%(质量分数),则锰量高至 0.2%(质量分数)时仍可定量反应。若钼铌总量超过 0.02%(质量分数),锰量只有低于 0.03%(质量分数)时,本方法才适用。

5 试剂

在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相应的纯水。

5.1 硫酸铵。

5.2 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

5.3 氢氟酸, $\rho=1.12$ g/mL。

5.4 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL。

5.5 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL。

5.6 氨水, $\rho=0.91$ g/mL。

5.7 柠檬酸铵溶液

将 100 g 柠檬酸溶于 900 mL 水中,再加入 100 mL 氨水(5.6)。

5.8 硫酸钴标准溶液,1 L 含 3 g 钴。

用致密金属钴配制钴标准溶液,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。

5.9 铁氰化钾(Ⅲ)标准滴定溶液,1 L 约相当于 3 g 钴。

将 17 g 的 $K_3[Fe(CN)_6]$ 溶于 1 L 水中,混匀。采用以下方法测定硫酸钴标准溶液(5.8)与铁氰化