**ICS 77**

**H 13**

YS

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS/T×××××—××××

YS/T XXXX.1—201X

钴铬烤瓷合金化学分析方法

第1部分：钴量的测定

碘量法和电位滴定法

Methods for chemical analysis of Co-Cr ceramic alloy —

Part 1：Determination of cobalt content—

[Iodometry](javascript:showjdsw('showjd_1','j_1')) and Potentiometric method

（预审稿）

201×-××-××实施

201×-××-××发布

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前 言

YS/T XXXX-201X《钴铬烤瓷合金化学分析方法》共分为4个部分：

——第1部分：钴量的测定 方法1：碘量法 方法2： 电位滴定法 ；

——第2部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第3部分：硅量的测定 硅钼蓝光度法；

——第4部分：钨、钼、铁、钌、镓、镉、铍、镍量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为YS/T XXXX-201X的第1部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本标准由广东省工业分析检测中心负责起草。

本部分负责起草单位：广东省工业分析检测中心。

本部分参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、广西冶金产品质检站、西北有色金属研究院材料分析中心、湖南有色金属研究院、广东佳纳能源科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分方法一主要起草人：

本部分方法二主要起草人：

钴铬烤瓷合金化学分析方法

第1部分：钴量的测定

方法1：碘量法

**1 范围**

本部分规定了钴铬烤瓷合金中钴含量的测定方法。

本部分适用于钴铬烤瓷合金中钴含量的测定，测定范围： 50.00%～70.00%。

**2 方法提要**

将试料置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入盐酸、硝酸和氢氟酸，于预热至150℃的烘箱中加热分解；或将试料置于微波消解仪中经盐酸、硝酸和氢氟酸溶解。在含有硝酸铵的氨性溶液中(pH 9~10)， 钴(Ⅱ)被碘氧化成钴(Ⅲ)，并与碘生成稳定的硝酸-碘五氨络钴的绿色沉淀，过量的碘以淀粉溶液为指示剂，用亚砷酸钠标准滴定溶液滴定，计算出钴铬烤瓷合金中钴的含量。

**3 试剂**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硝酸铵。

3.2 氢氟酸（ρ1.14g/mL ）。

3.3 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.4 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.5 硫酸（1+1）。

3.6 盐酸（1+1）。

3.7 氨水（ρ0.91 g/mL）。

3.8 氨水（1+1）。

3.9 柠檬酸铵-焦磷酸钠混合溶液：饱和柠檬酸铵溶液和饱和焦磷酸钠溶液等体积混合。

3.10 钴标准溶液： 称取1.0000 g金属（*w*（Co）≥99.95%），加入20mLHNO3（1+1），加热溶解，移入

500mL容量瓶中，用水定容，此溶液中Co含量为2mg/mL。

3.11 碘溶液（*c*(1/2I2)≈0.05 moL/L）：称取12.7g碘，加入50g碘化钾，加水溶解后并稀释至2L。

3.12 亚砷酸钠标准滴定溶液（*c*(Na3AsO3)≈0.05 moL/L）

3.12.1 配制： 称取5.1 g三氧化二砷，以20mL100g/L氢氧化钠溶液(必要时稍加热)，以盐酸(1+1)中和，

加入15g碳酸氢钠，用水稀释至2L。

3.12.2 标定： 准确移取20mL钴标准溶液(3.10)于250 mL烧杯中，加入4mL硫酸 (3.5)，蒸发至冒硫酸烟2～3min，取下冷却，用少量水吹洗杯壁，加20 mL水，加热至沸，使可溶盐类溶解。待溶液冷却后，用氨水(3.8)中和至碱性，再用HCl (3.6)中和至微酸性。冷却，加入15g硝酸铵（3.1），待溶解后，加入10mL柠檬酸铵-焦磷酸钠混合溶液(3.9)，准确加入20mL碘溶液(3.11)，10mL氨水(3.7)，搅 拌5min，静置10～20min，以淀粉溶液(3.13)作指示剂，用亚砷酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失，即为终点，记为V。与试样分析同时进行空白试验，记为V0。

按公式（1）计算亚砷酸钠标准滴定溶液对钴的滴定系数f：

………………………………（1）

式中：

*f* ——亚砷酸钠标准滴定溶液对钴的滴定系数，单位为克每毫升（g/mL）；

*V1*——移取钴标准溶液的毫升数，单位为毫升（mL）；

*V2* ——标定时消耗亚砷酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ——空白试验消耗亚砷酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C ——钴标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升，(mg/mL)。

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不超过0.000010 g/mL时，取其平均值。否则重

新标定。

3.13 淀粉溶液（10g/L）。

**4 仪器和设备**

4.1 微波消解仪

4.2 电热恒温干燥箱

**5 试样**

样品应加工成屑状或粉末状。

**6 分析步骤**

**6.1 试料**

称取试样0.20g，精确至0.0001g。

**6.2 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**6.3 空白试验**

随同试料做空白实验。

**6.4 测定**

**6.4.1试样的分解**

**6.4.1.1 高压消解罐**

将试料（6.1）置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入10mL盐酸（3.3）,3mL硝酸（3.4）和2mL氢氟酸（3.2），于预热至150℃的烘箱中加热溶解4小时，取下冷却后移入100mL塑料量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**6.4.1.2 微波消解**

将试料（6.1）置于消解罐内胆中，加入10mL盐酸（3.3）,3mL硝酸（3.4）和2mL氢氟酸（3.2），放入微波消解仪，设置分解条件为第一步功率800 W、温度100 ℃、升温时间10 min、恒温时间5 min和第二步功率800 W、温度220 ℃、升温时间10 min、恒温时间15 min进行分解，冷却后取下，移入100mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**6.4.2 滴定**

准确移取20 ml试液于250 mL烧杯中，加入4mL硫酸 (3.5)，蒸发至冒硫酸烟2～3min，取下冷却，用少量水吹洗杯壁，加20 mL水，加热至沸，使可溶盐类溶解。待溶液冷却后，用氨水(3.8)中和至碱性，再用HCl (3.6)中和至微酸性。冷却，加入15g硝酸铵（3.1），待溶解后，加入10mL柠檬酸铵-焦磷酸钠混合溶液(3.9)，准确加入20mL碘溶液(3.11)，10mL氨水(3.7)，搅拌5min，静置10～20min，以淀粉溶液(3.13)作指示剂，用亚砷酸钠标准滴定溶液(3.12)滴定至蓝色消失，即为终点。

**6.4.3 结果计算：**

钴含量以钴的质量分数*W*(Co)计，数值以%表示，按公式（2）计算：

 …………………………………………（2）

式中：

*f* ——亚砷酸钠标准滴定溶液对钴的滴定系数，单位为克每毫升（g/mL）；

*V*3 ——滴定试样时消耗亚砷酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0——空白试验消耗亚砷酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*5——*试液分取比例。

计算结果表示到小数点后2位。

**7 精密度**

**7.1 重复性**

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果

的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采

用线性内插法求得。

**表1 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

**7.2 再现性**

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果

的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据

采用线性内插法求得。

**表2 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w* /% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

**8 试验报告**

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 本部分编号；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——*试验日期。

钴铬烤瓷合金化学分析方法

第1部分：钴量的测定

方法2：电位滴定法

**1范围**

本部分规定了钴铬烤瓷合金中钴含量的测定方法。

本部分适用于钴铬烤瓷合金中钴含量的测定，测定范围：50%～70%。

**2方法提要**

将试料置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入盐酸、硝酸和氢氟酸，于预热至150℃的烘箱中加热分解；或试料经硝酸、盐酸、氢氟酸微波密闭溶解后，用高氯酸及磷酸冒烟除去氢氟酸，并将锰（Ⅱ）氧化成锰（Ⅲ）消除锰对测定钴的干扰，在有柠檬酸铵的氨性介质中，以铁氰化钾氧化钴，过量的铁氰化钾用钴标准溶液返滴定，电位突跃达到终点。根据铁氰化钾标准溶液的实际消耗量计算出钴含量。

**3 试剂、仪器**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.2盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.3氢氟酸（ρ1.14g/mL）。

3.4磷酸（ρ1.66g/mL）。

3.5高氯酸（ρ1.70g/mL）。

3.6氨水（ρ0.90g/mL）。

3.7硝酸（1+1）。

3.8柠檬酸铵溶液（300g/L）：称300g柠檬酸铵，以水溶解并稀释至1000 mL。

3.9硫酸铵溶液（250g/L）：称250g硫酸铵，以水溶解并稀释至1000 mL。

3.10钴标准滴定溶液（3.0mg/mL）：称取3.0000g金属钴（wCo≥99.95%）于400 mL烧杯中，缓慢加入

30 m L硝酸（3.7），低温加热溶解后，吹少量水煮沸，冷却后移入1000mL容量瓶中，用水定容至刻度，

摇匀。此溶液1 mL含3.0 mg钴。

3.11 铁氰化钾标准溶液(c[K3Fe(CN)6)]≈0.05mol/L)。

3.11.1制备：称取17g铁氰化钾置于500mL烧杯中溶解，过滤后用水稀至1000mL，贮存于棕色试剂瓶中。

3.11.2钴标准滴定溶液与铁氰化钾标准溶液的体积比例系数的确定

于四个500mL烧杯中，分别加入50mL柠檬酸铵溶液（3.8）、25mL硫酸铵溶液（3.9）、90mL氨水（3.6），用水稀释到350mL，在不断搅拌下准确加入20.00mL铁氰化钾标准溶液（3.11），在自动电位滴定仪上用钴标准滴定溶液（3.10）进行滴定，电位突跃达到终点。四次平行滴定所消耗钴标准滴定溶液体积的极差不大于0.10mL的情况下取其平均值。

按式（1）计算铁氰化钾标准溶液与钴标准滴定溶液的体积比例系数：

 ………………………………………….（1）

式中：

*K*——钴标准滴定溶液与铁氰化钾标准溶液的体积比例系数；

*V*——滴定时, 铁氰化钾标准溶液所消耗的钴标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V0*——滴定时,加入铁氰化钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

**4 仪器和设备**

4.1 微波消解仪

4.2 电热恒温干燥箱

4.3 自动电位滴定仪

**5 试样**

样品应加工成屑状或粉末状。

**6 分析步骤**

**6.1 试料**

称取试样0.50g，精确至0.0001g。

**6.2 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**6.3 空白试验**

随同试料做空白实验。

**6.4 测定**

**6.4.1试样的分解**

**6.4.1.1 高压消解罐**

将试料（6.1）置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入15mL盐酸（3.2）,5mL硝酸（3.1）和2mL氢氟酸（3.3），于预热至150℃的烘箱中加热溶解4小时，取下冷却。

**6.4.1.2 微波消解**

将试料（6.1）置于微波溶样罐中，加15 mL盐酸（3.2）、5 mL硝酸（3.1）、2 mL氢氟酸（3.3），密闭。置于微波溶样仪中，设置分解条件为第一步功率800 W、温度100 ℃、升温时间10 min、恒温时间5 min和第二步功率800 W、温度220 ℃、升温时间10 min、恒温时间15 min进行分解。待分解结束，取出微波溶样罐，冷却。

**6.4.2 滴定**

将试液转入200 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL磷酸（3.4）、5 mL高氯酸（3.5）盖上表面皿,置于电热板上低温加热冒高氯酸烟，直至高氯酸气泡刚消失，磷酸烟从液面刚出现，立即取下，稍冷，加入约50mL水，煮沸溶解盐类，冷却后移入200mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，制备成待测钴溶液。在500mL烧杯中，准确加入20.00mL铁氰化钾标准溶液（3.11），分别加入50mL柠檬酸铵溶液（3.8）、25mL硫酸铵溶液（3.9）、90mL氨水（3.6），用水稀释到350mL，在不断搅拌下准确加入25.00mL待测钴溶液，在自动电位滴定仪上用钴标准滴定溶液（3.10）进行滴定，电位突跃达到终点。记下消耗钴标准滴定溶液（3.10）的体积。

**6.4.3 结果计算**

钴的含量以钴的质量分数*w*Co计，数值以%表示，按公式（2）计算：

 …………………………………………（2）

式中**：**

*p*—钴标准滴定溶液，单位为克每毫升（g/mL）；

*V*1—滴定时，准确加入铁氰化钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）;

*V2*—滴定时，消耗的钴标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）;

*K*——钴标准滴定溶液与铁氰化钾标准溶液的体积比例系数；

8——稀释倍数；

*m* 0—试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。

**7 精密度**

**7.1 重复性**

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果

的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采

用线性内插法求得。

**表1 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

**7.2 再现性**

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果

的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据

采用线性内插法求得。

**表2 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w* /% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

**8 试验报告**

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 本部分编号；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——*试验日期。