

ICS 77.160
H 72



中华人民共和国国家标准

GB/T 4164—2008/ISO 4491-3:1997
代替 GB/T 4164—2002

GB/T 4164—2008/ISO 4491-3:1997

金属粉末中可被氢还原氧含量的测定

Metallic powders—Determination of hydrogen reducible oxygen content

(ISO 4491-3:1997, IDT)

中华人民共和国
国家标准
金属粉末中可被氢还原氧含量的测定
GB/T 4164—2008/ISO 4491-3:1997

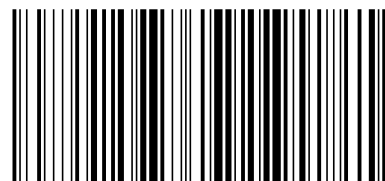
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号:155066·1-34619 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 4164—2008

2008-08-11 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 3 试验结果

可被氢还原氧含量 (质量分数)	试验结果计算 精确至以下数值	两次测定之间的 最大允差	结果表示 精确至以下数值
$O_{\text{还原}} \leq 0.2\%$	0.01%	0.01% (绝对值)	0.01%
$0.2\% < O_{\text{还原}} \leq 0.5\%$	0.01%	平均值的 5%	0.02%
$0.5\% < O_{\text{还原}} \leq 1.0\%$	0.01%	平均值的 5%	0.05%
$O_{\text{还原}} > 1.0\%$	0.01%	平均值的 5%	0.1%

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 参照本标准；
- b) 鉴定试样所需的一切细节；
- c) 干燥时间及温度；
- d) 还原时间及温度；
- e) 是否使用触媒转换装置；
- f) 所得结果；
- g) 本标准中未规定的操作；
- h) 可能影响结果的任何细节。

前 言

本标准等同采用 ISO 4491-3:1997《金属粉末 还原法测定氧含量 第 3 部分：可被氢还原氧》(英文版)。

本标准与 ISO 4491-3:1997 的主要变化如下：

- 删掉了原国际标准的引言部分，并作了少量编辑性修改；
- 对第 9 章中表 3 数值的表示方法作了调整。

本标准是对 GB/T 4164—2002《金属粉末中可被氢还原氧含量的测定》的修订。修订时，主要变化如下：

- 对前版标准表述不确切的地方及错别字进行了修改；
- 增加了标准中表的标题；
- 将 7.5.1 中“这是在 7.3.4 中的调整之后进行的”改为“如果用电测终点，则应按 7.3.4 预先调节检定仪”；
- 将 8.1 中“卡尔·菲休试验剂”改为“卡尔·菲休试剂”。

本标准自实施之日起代替 GB/T 4164—2002。

本标准由中国机械工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：北京市粉末冶金研究所有限责任公司。

本标准主要起草人：薄雅贤、尹凤霞、贾桂珍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4164—1984、GB/T 4164—2002。

6 试样

粉末应当在标准状态下测试。

7 步骤

7.1 试料

称重,按预计的可被氢还原氧含量称取试料量于表 1,精确至 0.1 mg。

表 1 试料用量

预计可被氢还原氧含量(质量分数)/%	试料质量/g
0.05~0.5	5
0.5~2.0	2
2.0~3.0	1

7.2 试验条件

使用的还原温度见表 2。

在下列温度下的还原时间约 20 min,对每一种仪器和每一种粉末,使其完全还原的最佳保温时间应由试验确定。

表 2 还原温度

金属粉末	还原温度/℃
锡青铜	750±15
铅青铜	600±10
铜铅	600±10
铅	500±10
锡	425±10
银	550±10
铜	850±15
铁和钢	1 100±20
钴	1 000±20
镍	1 000±20
钨	1 000±20
钼	1 100±20
铌	1 150±20
硬质合金混合物	1 000±20

7.3 仪器设备

7.3.1 将仪器按图 1 所示方法 1 或图 2 所示方法 2 布置。将还原炉(见 5.7)温度调至还原温度。按方法 1 布置时,还应将还原管[5.6a)]放至炉外。

7.3.2 用卡尔·菲休试剂(4.2)冲洗滴定管(5.13)以确保不存在能改变试剂滴定度的水分,排除冲洗液,在滴定管中放入卡尔·菲休试剂。

7.3.3 将甲醇(4.1)加入滴定瓶(5.11),小心调整液面,液面在进气口以上(如用电极,液面应在电极以上)。启动磁力搅拌器,用卡尔·菲休试剂滴定至可见终点,以中和甲醇中的微量水。

7.3.4 如使用电测终点检测(见图 4),接通电测终点检测仪(5.12)的开关 S,使电极短路,并调节可变电阻器 R,使微安计 N 上通过 120 μA 电流,断开开关 S。

7.3.5 对于两种方法,都要将氮气流量调节到至少 30 L/h,通 10 min。利用气体选择阀(5.4)将氮气

金属粉末中可被氢还原氧含量的测定

1 范围

本标准说明了氧含量(质量分数)在 0.05%~3%的金属粉末中可被氢还原氧的测定方法。

本方法适用于非合金化、部分合金化和完全合金化的金属粉末,也适用于碳化物和粘结金属的混合物。它不适用于含有润滑剂或者有机粘结剂的粉末。

通过使用专用催化装置,本方法可以扩大到用于测量含碳的粉末。

ISO 4491 应与 ISO 760 和 ISO 4491-1 一同阅读。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 760:1978 水的确定 卡尔·菲休方法(通用方法)

ISO 4491-1:1989 金属粉末 用还原法确定氧含量 第 1 部分:总则

3 原理

试样在干燥的氮气或氩气中于低温(170℃)干燥。

在给定的温度下于纯净干燥氢气流中对试样加热。氧化物与氢发生反应,所生成的水被甲醇吸收。用卡尔·菲休试剂滴定,通过视觉观察颜色的变化或用双电极电测量方法(死停点)来确定终点。

对于含碳的粉末,由镍触媒在 380℃将生成的一氧化碳和二氧化碳转化成甲烷和水。

4 试剂

在分析过程中,只能用已确认的分析纯试剂,所用水为蒸馏水或同等纯度的水。

警告:卡尔·菲休试剂含有 4 种有毒化合物:碘、二氧化硫、吡啶和甲醇,要避免直接接触,特别是避免吸入。意外溢出时,用大量水冲洗。

4.1 无水甲醇。

4.2 卡尔·菲休试剂,每毫升溶液相当于 1 mg 氧。

用下列任一种方法可以测定卡尔·菲休试剂的滴定度:

a) 向滴定瓶中加入 20 mg~30 mg 水,精确至 0.1 mg;

b) 加入 100 mg~200 mg 的磨成粉末并在 105℃±5℃下干燥成质量稳定的酒石酸钠[合格的材料为理论上含(质量分数)15.16%的水,相当于(质量分数)13.92%的氧]。精确至 0.1 mg。

c) 按第 7 章所示方法,取 100 mg~200 mg 纯的酒石酸钠,称重精确至 0.1 mg,作为标准样品,必须在 170℃下加热使其释放所含结晶水,随后滴定所生成之水。

详细标准过程见 ISO 760。

4.3 氢气:含氧量不超过 0.005%(质量分数),露点不大于-45℃。

4.4 氮气或氩气:含氧量不超过 0.005%(质量分数),露点不大于-45℃。

4.5 干燥剂:粒状无水硅酸铝钠,活化硅胶或高氯酸镁。

5 仪器

注:可选用的仪器安装方法分别见图 1(方法 1)和图 2(方法 2)。