

ICS 77.160  
H 16



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5158.3—2011/ISO 4491-3:1997

GB/T 5158.3—2011/ISO 4491-3:1997

## 金属粉末 还原法测定氧含量 第3部分:可被氢还原的氧

Metallic powders—  
Determination of oxygen content by reduction methods—  
Part 3: Hydrogen-reducible oxygen

(ISO 4491-3:1997, IDT)

中华人民共和国  
国家标准  
金属粉末 还原法测定氧含量  
第3部分:可被氢还原的氧  
GB/T 5158.3—2011/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 15 千字  
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

\*  
书号:155066·1-43198 定价 16.00 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 5158.3-2011

2011-05-12 发布

2012-02-01 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

7.3.6 再次滴定甲醇至可见 endpoint,以中和试验过程中释出的水。

7.3.7 通过 7.4 规定的空白试验检查设备的状况,包括仪器的气密性。

**警告:**当还原管仍热时,除非切换回氮气,否则不要切断氢气。

7.4 空白试验

对于每一组测定,都应用空载舟(5.8)做空白试验,其步骤与试料的试验步骤相同。

**注:**在良好条件下的仪器应给出加热氧含量接近 1 mg 的空白试验的结果。如果结果太高,或结果不稳定,则应检查仪器是否泄漏。

7.5 测定

在两种测定方法中,如果必须要考虑到碳的影响,应开启催化装置(5.9),预热到 380 °C ± 10 °C,并在载舟置于还原区之前接入系统。

在控制装置的端部,在将氢气切换为氮气之前要确保催化装置是处于旁路。

**注:**如有需要,可通过测定用于滴定干燥过程中释出的水的 Karl Fischer 试剂的容积来确定试样中的水分含量。

7.5.1 方法 1:单端开口还原管

打开管口[5.6a)],插入装有已称重试料的载舟。关好管口,以至少 30 L/h 的流量通入干燥的氮气,来消除试料带入的空气。如果通入氮气的预先尚未确定,允许通入氮气的预先时间为 10 min。

滴定甲醇至可见 endpoint,将氮气流量调至 25 L/h,并在 170 °C ± 10 °C 时将反应管插入炉内。在干燥期结束时,滴定甲醇到可见 endpoint。用可视法或用电势法来测定 endpoint。如果用电势法测定 endpoint,应预先按 7.3.4 的要求调整检测器。记录滴定管中 Karl Fischer 试剂的容积和干燥时间。用气体切换阀,将氮气切换为氢气,将氢气流量调至 25 L/h,将管子插入还原炉内,在还原温度下保温。在还原期结束时,按前述同样的 endpoint 检测方法滴定甲醇至 endpoint,记录滴定管的读数和滴定剂的容积  $V_1$  (单位:mL),记录反应时间。将氢气切换为氮气并将管子从炉内抽出。将管子冷却到室温(如果需要可用吹风机),然后打开管口,取出载舟。

7.5.2 方法 2:两端开口反应管

要确保炉温设置正确,通入干燥的氮气。然后打开管口[5.6a)]插入装有试料的载舟。用不锈钢钩将载舟推入干燥区,然后用气密塞封好管口。在干燥期结束时,用 Karl Fischer 试剂滴定甲醇。

将氮气切换为氢气,将载舟推入还原炉的高温区。在还原期结束时,用 Karl Fischer 试剂滴定,记录容积  $V_1$  (单位:mL)。

将氢气切换为氮气,将载舟移至低温区,1 min 后,将载舟从炉管内移出。

7.6 至少要重复一次测定。

## 8 试验结果的计算和表述

8.1 可被氢还原的氧含量,以质量分数表示,按下式计算:

$$O_{\text{red}} = 100n \frac{V_1 - V_2}{m}$$

式中:

$V_1$ ——试料使用的 Karl Fischer 试剂容积,单位毫升(mL);

$V_2$ ——空白试验使用的 Karl Fischer 试剂容积,单位毫升(mL);

$m$  ——试料质量,单位为毫克(mg);

$n$  ——Karl Fischer 试剂的标准液,氧含量的单位为毫克每毫升(mg/mL)。

8.2 试验结果的计算和表述按表 3 的规定进行。

## 前 言

GB/T 5158《金属粉末 还原法测定氧含量》分为四个部分:

——第 1 部分:总则;

——第 2 部分:氢还原时的质量损失(氢损);

——第 3 部分:可被氢还原的氧;

——第 4 部分:还原-提取法测定总氧量。

本部分为 GB/T 5158 的第 3 部分。

本部分等同采用 ISO 4491-3:1997《金属粉末 还原法测定氧含量 第 3 部分:可被氢还原的氧》。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

a) “本国际标准”一词改为“本部分”;

b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

c) 删除国际标准的前言。

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归口。

本部分由深圳市弘海实业有限公司、山东揽月科技有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所起草。

本部分主要起草人:马志平、康俊、王世宏、张舸、王华锋、张江峰。

5.11、5.12 和 5.13 的要求可以变动,只要满足 ISO 760 的要求,任何市场上可买到的 Karl Fischer 和滴定装置都可使用。

## 6 取样

粉末应在接收状态下进行测试。

## 7 步骤

### 7.1 试料

称重,精确到 0.1 mg,试料的质量应与预计的可被氢还原的氧含量对应,见表 1。

表 1

预计可被氢还原的氧含量/%	试料的质量/g
0.05~0.5	5
>0.5~2.0	2
>2.0~3.0	1

### 7.2 试验条件

所用的还原温度见表 2。

表 2

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

在相应温度下的还原时间大约 20 min,对于不同的设备和不同的粉末来说,使其充分还原的最佳还原时间应由实验确定。

## 金属粉末 还原法测定氧含量 第 3 部分:可被氢还原的氧

### 1 范围

GB/T 5158 的本部分规定了金属粉末中可被氢还原氧含量的测定方法,氧含量范围为 0.05%~3%(质量分数)。

本部分适用于各种金属、部分合金化或完全合金化的金属粉末、碳化物(硬质合金)和粘结金属的混合料。本方法不适用于含有润滑剂或有机粘结剂的粉末。

本部分也可适用于特殊的催化装置制取的含碳的粉末。

本部分应结合 GB/T 5158.1 和 ISO 760 使用。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5158.1 金属粉末 还原法测定氧含量 第 1 部分:总则(ISO 4491-1:1989,IDT)

ISO 760:1978 水的测定 Karl Fischer 法(通用方法)

### 3 方法原理

在干燥的氮气或氩气中于低温(170℃)以下对试料进行预处理。应在给定的温度下于纯净干燥的氢气中还原。由氢和氧化物反应形成的水被甲醇吸收。用 Karl Fischer 试剂滴定,可通过目视颜色的变化或两个电极(恒定的端点)的电势来确定端点。

对于含碳的粉末,在 380℃用镍触媒将一氧化碳和二氧化碳转化为甲烷和水。

### 4 试剂

在分析中仅使用确认为分析级的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

**警告:**Karl Fischer 试剂含有 4 种有毒化合物:碘、二氧化硫、吡啶和甲醇。要注意避免与其直接接触,特别是避免吸入。如有意外溅出,须用大量水冲洗。

#### 4.1 无水甲醇。

#### 4.2 Karl Fischer 试剂,每毫升相当于 1 毫克氧。

用下列任一方法确定 Karl Fischer 试剂的滴定度:

- 往滴定瓶内加入 20 mg~30 mg 的水,称量精确到 0.1 mg。
- 加入 100 mg~200 mg 的二水酒石酸钠[其理论上含有 15.66%的水的标准物质,相当于 13.92%的氧],称重精确到 0.1 mg。二水酒石酸钠应预先研磨成细粉,并在 105℃±5℃干燥至恒量。