



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5158.4—2011/ISO 4491-4:1989  
代替 GB/T 5158.4—2001

---

## 金属粉末 还原法测定氧含量 第4部分:还原-提取法测定总氧量

Metallic powders—Determination of  
oxygen content by reduction methods—  
Part 4: Total oxygen by reduction-extraction

(ISO 4491-4:1989, IDT)

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

## 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4部分。

本部分等同采用 ISO 4491-4:1989《金属粉末 还原法测定氧含量 第4部分：还原-提取法测定总氧量》。

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。

本部分代替 GB/T 5158.4—2001《金属粉末 总氧含量的测定 还原-提取法》。

本部分与 GB/T 5158.4—2001 相比，主要变化如下：

- 删除了 ISO 前言；
- 增加了规范性引用文件；
- 将原标准中与 ISO 4491-4:1989 有差异的部分修改为一致。

本部分的附录 A 是资料性附录。

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。

本部分由中南大学粉末冶金研究院、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。

本部分主要起草人：郑灵芝、廖寄乔、奉冬文、王世宏、周萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5158.4—2001。

# 金属粉末 还原法测定氧含量

## 第4部分:还原-提取法测定总氧量

### 1 范围

GB/T 5158的本部分规定了高温还原-提取法测定金属粉末中不大于2%(质量分数)的总氧含量的方法。

经协商同意,也可以用于测定烧结金属材料中的总氧含量。

本部分适用于各种金属、合金、碳化物(硬质合金)以及在测试条件下无挥发性组分的混合物粉末。样品可以是粉末状,也可以是压块状。

粉末按供给状态进行分析。本方法不适合于含有润滑剂或粘结剂的粉末。如果样品中含有润滑剂或粘结剂,只有在首先采用某方法能完全除去这些物质而又不影响氧含量的情况下可以使用本方法。

本部分应结合GB/T 5158.1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 4491-4:1989, IDT)

### 3 原理

总氧含量的测定是将试料置于高温石墨坩埚中于真空或惰性气氛下加热,使试料中的氧转化为碳的氧化物。这些碳的氧化物被提取出来并完全转化为一氧化碳或二氧化碳,再通过用合适的气体分析方法测定。

实际采用的测定总氧含量的方法具有以下特点:

- a) 反应室的环境  
——真空或惰性气流(氮气、氩气、氦气)。
- b) 石墨坩埚  
——单个的(即仅用于一份试料的测定)或叠加的(即同一坩埚用于连续几份试料的测定)。
- c) 反应介质  
——固体,即试料倒入石墨坩埚中,待测金属没有熔化即还在固态就已发生了还原反应。  
——金属浴,即为了加速某些金属的还原反应,可采取首先制备一种能溶解试料中的碳和金属的易熔金属(如铂、锡、铁、镍)浴。
- d) 加热  
——连续加热,即试料装入预先加热至反应温度的石墨坩埚中,还原反应持续为一固定的时间,大约为几分钟。  
——脉冲加热,即将有试样的冷坩埚进入炉中加热,持续几秒高功率脉冲,还原反应在脉冲产生的高峰温度下(高达3 000℃)非常快速地进行。
- e) 氧的测定

检测一氧化碳或二氧化碳有几种方法可以采用。这两种情况均采用一种化学转化装置,将被测氧完全转化为一氧化碳或二氧化碳。普遍采用的分析方法有:

- 容量法(检测一氧化碳);
- 色谱法(检测一氧化碳);
- 红外吸收法(检测二氧化碳);
- 热导法(检测一氧化碳和二氧化碳);
- 库仑法(检测二氧化碳)。

#### 4 仪器和材料

适于测定金属粉末中氧含量的仪器由以下主要部件组成:

- a) 坩埚,由高纯石墨加工而成;
- b) 高温下对石墨坩埚脱气的装置;
- c) 室温下真空或惰性气氛中进样和脱气的装置;
- d) 与预测温度相匹配的气体提取装置;
- e) 除水纯化装置;
- f) 测定一氧化碳或二氧化碳的检测装置。

所需材料将取决于所用设备的类型,如高纯载气(氮气或氩气)。

必要时,检测装置要用高纯气体(一氧化碳、二氧化碳)或经检定合格的金属参考标准样品进行校准。

#### 5 试料

称取两份试料进行分析。试料进入仪器之前可选用下述几种方法制备:

- a) 直接称取试料投入脱气后的坩埚。
- b) 取适量粉末样品于一小圆柱模具中,不加任何润滑剂或粘结剂,以  $100 \text{ mN/mm}^2 \sim 200 \text{ mN/mm}^2$  的压力单轴压制,并测得压坯质量。
- c) 取适量粉末样品包在一已知质量的由高纯铂、锡、镍或铁-镍箔制成的小囊中,然后称取试料和囊的合量,箔的氧含量可预先测得。
- d) 在样品压实的情况下,则取样品的合适碎块称重作为试料。

所有试料称重应精确至  $0.1 \text{ mg}$ 。

如果使用金属箔囊只是为了便于试料的投入,那么囊的质量应尽量轻。但是,当制作囊的材料(某种金属)可用于形成某种便于气体的提取所需的金属浴时,囊的质量则要根据针对某特定分析所推荐的金属浴与试料的质量之比来确定。

当石墨坩埚与金属浴用于几次连续的分析时,每次提取气体之前要先对金属浴脱气。

应保持金属浴与试料之质量比大于推荐的最小值。必要时,在金属浴脱气之后定时加入金属碎片。

试料量的选择取决于仪器的灵敏度和预期的氧含量,通常,试料量选择在  $0.1 \text{ g} \sim 1 \text{ g}$ 。

#### 6 步骤

##### 6.1 通则

对于使用的各种不同类型仪器以及待测的各种不同类型金属、合金和碳化物(硬质合金),将氧的测定条件规定出来是不现实的。应该指出,特别当还原反应以固相进行且连续加热时,反应会慢,氧化物

达到完全还原的时间将取决于氧的含量。

对于测试某一特定类型的材料和某一给定的氧含量范围,推荐通过预先试验确定最佳条件。一般采用对同一样品进行系列化(条件)试验。提高还原程度(升温或延长反应时间)直到氧含量测试值达到最大并恒定。其他试验条件(或参数)(如,金属浴的采用)也可作相应的变化。

特别建议采用与样品同类的有证标准物质来验证或校正所选的工作条件。

## 6.2 空白试验和校正

通常,空白试验是在与测定样品所选定的条件相同的测试条件下进行,但不含试料。必要时,按仪器制造厂家提供的说明书来校准、验证仪器是否处于正常工作状态。一般用纯气(一氧化碳,二氧化碳)或经检定氧含量的标准物质进行校正。

## 6.3 测试

按仪器使用说明书结合所选用的试验条件(见 6.1)进行测试。附录 A 中列出一些金属粉末还原条件的例子。

## 7 结果的表述

### 7.1 允许差

两次测定的差值应不超过表 1 中所列值。

### 7.2 最终结果

报出两次测定的算术平均值,并按表 1 进行修约。

表 1

氧的质量分数/%	两次测定结果的最大允许差	结果精确至/%
≤0.005	平均值的 20%	0.000 5
>0.005~0.01	平均值的 10%	0.001
>0.01~0.02	平均值的 10%	0.002
>0.02~0.05	平均值的 5%	0.002
>0.05~0.1	平均值的 5%	0.005
>0.1~0.2	平均值的 5%	0.01
>0.2~0.5	平均值的 5%	0.02
>0.5~1.0	平均值的 5%	0.05
>1.0~2.0	平均值的 5%	0.1

## 8 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 本标准编号;
- b) 鉴别试样所需的细节;
- c) 有关润滑剂和粘接剂的去除方法;
- d) 所用设备的型号;

- e) 有关的试验条件(温度、时间、是否采用金属浴或金属囊等)；
- f) 所得的结果(见 7.2)；
- g) 本标准中未规定的操作和选项；
- h) 可能影响试验结果的任何情况。

## 附录 A

(资料性附录)

## 所选金属粉末中氧的提取条件举例

表 A.1

金属粉末	反应介质	金属浴/试料质量比之最小值	温度 <sup>a</sup> /℃
铁、钢	无需金属浴或囊	—	2 000
钛	镍浴	12 : 1	2 100
钛、锆、铪	铂囊和铂浴	20 : 1	2 100
钼、钨	无需金属浴	—	2 400
铌、钽	镍和锡浴	5 : 1	2 400
铝	铜浴	5 : 1	2 400
铜	无需金属浴	—	1 900
硬质合金混合物	铁-镍和锡囊	4 : 1	2 400

<sup>a</sup> 这些温度是用于连续加热(时间长短为 1 min~10 min,取决于气体含量)的实际值。用脉冲炉提取时通常在 3 000 ℃ 以上进行。通常 4 s~20 s 就足以反应完全。