

ICS 77.160  
H 71



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5158.4—2001  
idt ISO 4491-4:1989(E)

---

## 金属粉末 总氧含量的测定 还原-提取法

Metallic powders—Determination of total oxygen content  
by reduction-extraction

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准是根据国际标准 ISO 4491-4:1989(E)《金属粉末 还原法测定氧含量 第 4 部分:还原-提取法测定总氧含量》进行制定的。本标准的技术内容等同采用 ISO 4491-4:1989(E)。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准起草单位:中南大学粉末冶金研究所。

本标准主要起草人:肖彩林、廖寄乔、奉冬文。

## ISO/IEC 前言

国际标准化组织(ISO)是各国家标准化团体(ISO 成员团体)的一个世界范围的联盟。国际标准的制定工作通常是通过 ISO 的技术委员会进行的,对某个已成立了技术委员会的专业领域感兴趣的成员团体都有权参加该委员会。与 ISO 有联络的官方和非官方的国际组织也参与这项工作。ISO 在电工技术方面与国际电工委员会(IEC)紧密合作。

委员会所采纳的国际标准草案需分发给各成员团体投票表决,作为国际标准发布时要求至少 75% 的成员团体投票批准。

国际标准 ISO 4491-4 是由 ISO/TC119 粉末冶金技术委员会制定的。

ISO 4491 由以下几个部分组成,其总标题是:金属粉末—还原法测定氧含量。

- 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:可被氢还原氧
- 第 4 部分:还原-提取法测定总氧含量

ISO 4491 第 4 部分的附录 A 仅供参考。

## ISO 引言

金属粉末中氧含量的测定在粉末冶金在许多领域都具有重要性。

在本标准的第 2 部分和第 3 部分所描述的标准方法中不给出总氧含量,因为某些含氧成分不被氢还原。

因此,需要制定一个测定总氧含量的标准方法。最常用的测定总氧量的方法是还原-提取法。它可用市场上可得的按各种不同提取和测量原理工作的仪器来进行测定。

应该强调的是,分析结果取决于所用设备和所选实验参数。不过,如本标准条款 3~6 所指出的,对于一给定种类的金属粉末,使用任何市场上可得的为测试该金属粉末而设计的仪器,均可通过选择最佳测试条件而获得重现性好而又准确的结果。

使一种或更多的特殊仪器标准化是不可能的。然而,推荐金属粉末分析步骤的基本点是值得的。

注:还原-提取法也可用于氮气测定,某些仪器可同时测定氧和氮含量。不过,本标准不包括氮的测定。

# 中华人民共和国国家标准

## 金属粉末 总氧含量的测定

### 还原-提取法

GB/T 5158.4—2001  
idt ISO 4491-4:1989(E)

**Metallic powders—Determination of total oxygen content  
by reduction-extraction**

#### 1 范围

本标准规定了高温还原-提取测定金属粉末中不大于2%(质量分数)的总氧量的方法。

本标准适用于各种金属、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。也可用于测定烧结金属材料中的总氧量。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才可使用本方法。

#### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

ISO 4491-1:1989 金属粉末-还原法测定氧含量 第1部分:总则

#### 3 原理

将试料置于高温石墨坩埚中于真空或者惰性气氛下加热。样品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CO或CO<sub>2</sub>,从而用合适的气体分析方法测定。

实际常用的测定总氧含量的方法具有下述特点:

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(如仅用于一份试料的测定)或叠加的(如同一坩埚用于连续几份试料的分析)。

c) 反应介质:

——固体,如,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,如,为了加速某些金属的还原反应,可采取首先制备一种能同时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,如,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,如,将装有试料的冷坩埚进入炉中加热,持续几秒钟高功率脉冲,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CO或CO<sub>2</sub>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