



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5158.2—2011/ISO 4491-2:1997  
代替 GB/T 5158—1999

## 金属粉末 还原法测定氧含量 第2部分:氢还原时的质量损失(氢损)

**Metallic powders—Determination of  
oxygen content by reduction methods—  
Part 2: Loss of mass on hydrogen reduction(hydrogen loss)**

(ISO 4491-2:1997, 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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 2 部分。

本部分等同采用 ISO 4491-2:1997《金属粉末 还原法测定氧含量 第 2 部分：氢还原时的质量损失(氢损)》。

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—1999《金属粉末 在氢还原中的质量损失(氢损)的测定》。

本部分与 GB/T 5158—1999 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 4491-2:1997 有差异的部分修改为一致。

本部分的附录 A 是规范性附录。

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起草。

本部分主要起草人：廖寄乔、郑灵芝、王世宏、奉冬文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5158—1999。

# 金属粉末 还原法测定氧含量

## 第 2 部分:氢还原时的质量损失(氢损)

### 1 范围

GB/T 5158 的本部分规定了在一定条件下,金属粉末在干燥纯净的氢气气流中加热时,质量相对损失的测定方法。

本部分的目的是评定粉末的化学性能,该方法所测定的化学性能在粉末冶金工业中是非常重要的。本部分不是用作测量特定元素含量的方法(见附录 A 和 GB/T 5158.1)。

本部分适用于表 1 中所列的非合金化的、部分合金化的和完全合金化的金属粉末。不适用于含有润滑剂的粉末或金属粉末的混合物。由于存在还原性的、氧化性的或挥发性的金属或化合物(见附录 A),所得结果会受到影响。对这一类粉末,应用其结果时需谨慎,供需双方对结果的认识应取得一致。

### 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)

### 3 试剂

3.1 氢气,氧含量不大于 0.005%(质量分数),露点不高于 $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.2 氮气(或氩气),氧含量不大于 0.005%(质量分数),露点不高于 $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### 4 仪器

#### 4.1 天平

天平应具有足够的量程,称重精度至 0.000 1 g。

#### 4.2 管状电炉

管状电炉可以在表 1 中规定的温度下连续操作,控温系统应保持管内舟皿部分的温度在表 1 所规定的温度范围之内。试验装置见图 1。

注:当试验磁性粉末时,推荐线绕电炉采用无感应缠绕。

#### 4.3 气密管

气密管由石英或耐火材料(如致密氧化铝)制成。管子内径在 $\phi 25\text{ mm}\sim\phi 40\text{ mm}$ 之间,管子长度应使在炉子的每端伸出 200 mm。

当进行大量氢损测定时,只要在满足表 1 所给定的温度和时间,所获得的结果与用推荐的装置得到的结果一致,可以使用比本部分中所规定大一些的能同时测定几个试样的炉子。

4.4 测温装置

测温装置由全封闭式热电偶(如铂/铂铑热电偶)和显示记录仪器组成,能使测量温度精确到 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

单位为毫米

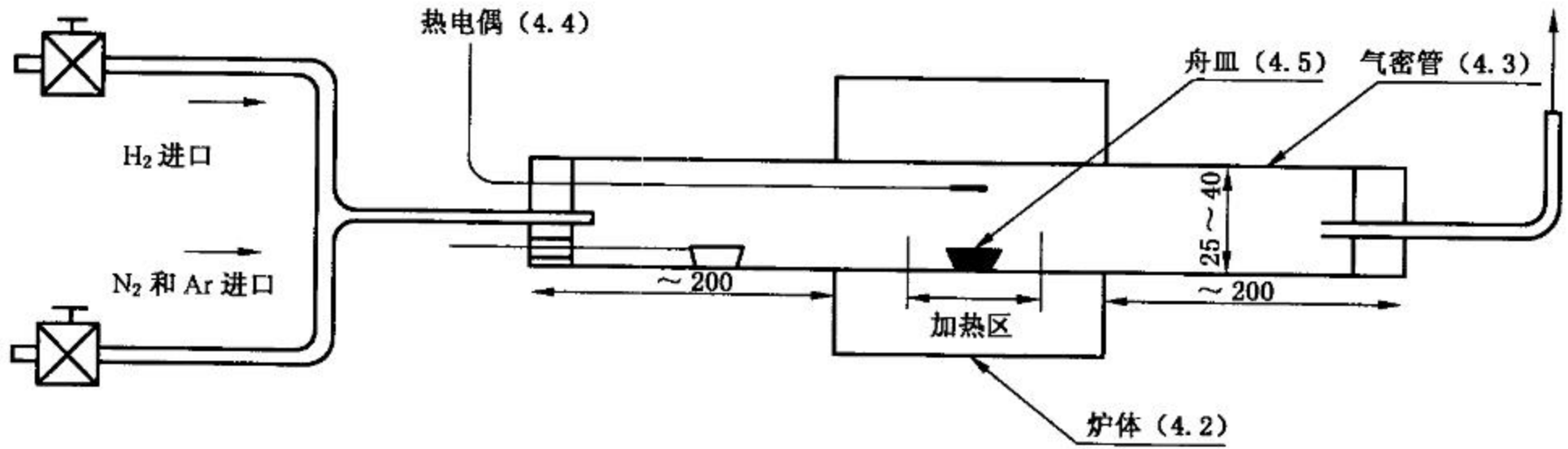


图 1 试验装置示意图

若将热电偶放置于还原炉管外,必须事先用另一热电偶放于管内进行标定,确保试样的还原温度与表 1 中的规定值一致。

4.5 舟皿

舟皿最好是表面抛光的高氧化铝陶瓷舟皿。当试验条件允许时,可以使用其他材料(如石英或镍)。舟皿的尺寸(例如长 75 mm,宽 12 mm)应满足粉末均匀分布,其厚度不大于 3 mm。

新舟皿应在试验温度下的氢气气流中预处理,并存放在干燥器内。

若一个舟皿总是用来试验同样的或同类的金属粉末,在每次测定之后应仔细清理,并存放在干燥器中,则该舟皿可使用多次。

4.6 供氢气、氮气(或氩气)装置

供氢气、氮气(或氩气)装置应配有压力表和流量计,用以控制气体的流量。

表 1 还原温度和时间

金属粉末	还原温度/ $^{\circ}\text{C}$	还原时间 <sup>a</sup> /min	金属粉末	还原温度/ $^{\circ}\text{C}$	还原时间 <sup>a</sup> /min
锡青铜 <sup>b</sup>	775 $\pm$ 15	30	铁和合金钢	1 100 $\pm$ 15	60
锡	425 $\pm$ 10	30	钴	1 000 $\pm$ 20	60
银	550 $\pm$ 10	30	镍	1 000 $\pm$ 20	60
铜	850 $\pm$ 15	30	钨	1 100 $\pm$ 20	60
铅铜 <sup>b</sup>	600 $\pm$ 10	10	钼	1 100 $\pm$ 20	60
铅青铜 <sup>b</sup>	600 $\pm$ 10	10	铌	1 150 $\pm$ 20	60

<sup>a</sup> 所给出的还原时间只是一个参考。只要有经验证明,某套装置和某种粉末足以保证完成氢损反应,就可以缩短反应时间。

<sup>b</sup> 结果应谨慎解释,见附录 A 中的 A. 6。



5 取样

- 5.1 粉末应以收样状态进行试验。
- 5.2 试验应取两份试料进行测定。
- 5.3 除低松装密度的粉末外,均可按 4.5 和 6.2 的要求进行还原,称取试料的质量约为 5 g。

6 步骤

每个试样测定两次,其步骤如下:

- 6.1 在试验前,将炉子和石英管加热到表 1 规定的还原温度。
- 6.2 称量舟皿,应精确到 0.000 1 g;将试样均匀分布在舟皿中,厚度不大于 3 mm;称量盛有试样的舟皿,应精确到 0.000 1 g。
- 6.3 通入氮气,调节通过炉管的平稳氮气流,用转子流量计控制气体流速不小于 25 mm/s,且冷管通氮气时间不少于 1 min。将称重后盛有试样的舟皿从入口端缓慢地推入均温区中部,以防样品在高气流中溅出。继续通氮气 1 min。  
如果难以防止舟皿内的粉末喷溅,可以把粉末(不加润滑剂)压制成低密度的压胚。如果这样的压胚强度很低,则可用无氧铜箔包住。只有试验温度超过铜的熔点时,才能使用铜箔。
- 当试验粉末易于与氮化合时(例如含铬的合金钢粉末)应用氩气代替氮气(见 6.5 和 6.6)。
- 6.4 开始实验时,关闭氮气,通氢气,保持一定的气流量使管中气流速度不低于 25 mm/s。这就相当于在 25 mm 直径管中大概流量为 50 L/h,在 40 mm 直径管中大概流量为 110 L/h。按表 1 的还原时间保持一定的氢气流量,在还原过程中炉温的变化应控制在规定的范围内。
- 6.5 当规定时间达到后,再开始通氮气同时关闭氢气,2 min~3 min 后将盛有试样的舟皿拉到冷却区。
- 6.6 让盛有试样的舟皿在氮气流下冷却到 35 ℃以下,再移到干燥器内,冷却至室温。
- 6.7 称量装有还原试样的舟皿,精确到 0.000 1 g。

7 结果表示

7.1 氢损(HL)以质量分数表示,由式(1)计算:

$$HL = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_1$ ——空舟的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——试验前,盛有试样的舟皿的质量,单位为克(g);
- $m_3$ ——试验后,盛有试样的舟皿的质量,单位为克(g)。

7.2 以两次测量结果的算术平均值报出最终结果。试验结果的计算和表示应符合表 2 规定。

表 2

氢损的质量分数/%	计算结果精确到/%	两次结果间最大允许偏差	报出结果精确到/%
≤0.2	0.01	0.01%(绝对值)	0.01
>0.2~0.5	0.01	平均值的 5%	0.02
>0.5~1.0	0.01	平均值的 5%	0.05
>1.0	0.01	平均值的 5%	0.1

## 8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 鉴别试样的必要说明；
- c) 试验结果；
- d) 本标准未作规定的操作；
- e) 可能影响结果的任何说明。

**附 录 A**  
**(规范性附录)**  
**测试结果的说明**

A.1 氢还原过程中粉末的质量损失,通常叫做氢损,为粉末的一种特性,在粉末冶金材料生产中已证明是有用的。氢损最初被认为是可被氢还原的氧化物的氧含量的估计,但是,随着更复杂的合金粉末的出现,现在认为其他化学变化也可以或正或负的影响测量的质量损失,因此,在解释实验结果时,应考虑如下因素。

A.2 诸如  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{BeO}$  和  $\text{TiO}_2$  等氧化物在试验条件下是不可还原的,所以测定的质量损失不包括上述氧化物的氧含量。

A.3 质量损失包括存在于粉末中的水蒸气和碳氢化合物。

A.4 质量损失包括由于吸附或封留于粉末中的并在加热时释放出来的气体,这些气体的总量通常是很少的。

A.5 质量损失包括那些除氧以外存在于粉末中的,在规定实验条件下能部分或全部被除去的元素,这些元素可能是挥发性的,也可能是与氢或粉末中氧化物起反应生成挥发性化合物,例如碳、氮、磷和硫。

A.6 质量损失包括存在于粉末中的在试验时部分或全部被除去的金属。它们在规定试验条件下是挥发性的,例如铅、锌和镉。

A.7 如果碳存在于粉末中,质量损失可以包括在规定试验条件下被碳还原的氧化物中的氧。例如  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  和  $\text{MnO}$ ,当其存在于含碳的钢粉中,在规定试验条件下可被碳还原。

A.8 试验粉末含有锰、铬或其他对氧有高亲合力的元素,在试验中可以被气氛氧化或者通过还原低难熔氧化物而被氧化,在这种特殊情况下,可能得出负的氢损值(即在试验中质量增加了)。

中华人民共和国  
国家标准  
金属粉末 还原法测定氧含量  
第2部分:氢还原时的质量损失(氢损)  
GB/T 5158.2—2011/ISO 4491-2:1997

\*

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](http://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 11 千字  
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

\*

书号:155066·1-43199 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 5158.2-2011