

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局

国 家 标 准 化 管 理 委 员 会 发布

ICS 77.160

CCS H 16

202×-××-××实施

202×-××-××发布

金属粉末 铁、铜、锡和青铜粉末中酸不溶物含量的测定

Metallic powders-Determinations of acid-insoluble content

in iron, copper, tin and bronze powders

（ISO 4496:2017, IDT）

（征求意见稿）

GB/T XXXX-202X/ISO 4496:2017

3

中华人民共和国国家标准

1. 前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用ISO 4496:2017《金属粉末 铁、铜、锡和青铜金属粉末中酸不溶物含量的测定》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：北京有研粉末新材料研究院有限公司、有研粉末新材料股份有限公司、北京康普锡威科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、莱芜钢铁集团粉末冶金有限公司、有研粉末新材料(合肥)有限公司。

本文件主要起草人：王林山、王蕊、穆艳如、胡强、卢彩涛、李娜、汪礼敏、赵晶、邓楠、胡梦桥。

金属粉末 铁、铜、锡和青铜粉末中酸不溶物含量的测定

1. 范围

本文件规定了在铁、铜、锡和青铜金属粉末中，不溶于普通矿物酸的非金属材料含量的测定方法。

通常认为，前述不溶物质是不溶于酸的二氧化硅和硅酸盐，碳化物，氧化铝，粘土或其它耐火氧化物，其可能来源于原材料或在制造过程中混入。

1. 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 应用领域

此方法可应用于无润滑剂的铁粉，铜粉，锡粉，青铜合金粉以及铜锡元素混合粉末。

1. 试剂

分析过程中，仅采用分析等级获得认证的试剂，蒸馏水或者同等纯度的水。所需试剂见表1。

表1 试剂要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 粉末种类 | 试剂 | 密度，ρ  g/mL | 溶液浓度 |
| 铁 | 盐酸（5.1） | 1.9 | 1+1 |
| 盐酸（5.2） | 1.9 | 1+25 |
| 硫氰化钾（5.3） | —— | 5% |
| 硝酸（5.4） | 1.42 | 浓缩 |
| 铜  锡  青铜 | 盐酸（5.5） | 1.19 | 浓缩 |
| 硝酸（5.6） | 1.42 | 1+1 |
| 过氧化氢（5.7） | —— | 30% |
| 乙酸铵（5.8） | —— | 200g/L |
| 铜  青铜 | 二乙基二硫代氨基甲酸钠（5.9） | —— | 4% |
| 锡 | 硫化钠（5.10）  硫化氢（5.11） | —— | —— |

1. 仪器设备

6.1 试验室天平，有足够量程且称量精确到±0.0001g。

6.2 玻璃过滤漏斗，直径约70mm。

6.3 过滤纸，无灰分等级（残留灰分小于0.01％），中速沉淀，直径约110mm。

6.4 烧结炉，温度可达900~1000℃。

6.5 熔融石英和烧结坩埚，在900~1000℃下预处理至恒定重量，贮存在干燥器中。

1. 样品

7.1 测试样品的数量

测量两个样品以确定不溶物质的含量。

7.2 测试样品的质量

测量样品的质量约为5g。

1. 试验步骤

8.1 铁粉

8.1.1 称取（精确到0.0001g）约5克粉末作为测试样品（质量为m1），并将样品放置在玻璃烧杯中。

8.1.2 仔细添加100ml的盐酸（5.1），并用表皿盖在玻璃烧杯上。室温下直立放置直至反应结束（无多余氢气产生）。

如果需要酸不溶物不包括碳化物，参考步骤8.1.2，在盐酸（5.1）中添加20ml的硝酸（5.4）。之后根据步骤8.1.3~8.1.6操作。

8.1.3 将玻璃烧杯放置在电炉上，加热溶液至沸腾，保持沸腾1min。添加150ml水，再加热至沸腾，保持沸腾1min。溶液冷却并静置5min。

8.1.4 采用中速滤纸过滤溶液，交替用热水和热盐酸（5.2）清洗残留物。重复清洗，直至水中用硫氰化钾（5.3）不能检测到铁盐。

8.1.5 称量坩埚（质量为m2），精确到0.0001g，将有残留物的过滤纸放在坩埚内。将坩埚放在电炉上干燥，烧焦滤纸。900~1000℃下，在烧结炉内烧结坩埚，直至装有残留物的坩埚冷却后连续称重值相差不超过0.0001g。将坩埚在干燥器中完全冷却。

8.1.6 确定装有残留物的坩埚的质量，精确到0.0001g（质量为m3）。

8.2 铜、锡和青铜粉末

8.2.1 称取（精确到0.0001g）约5克粉末作为测试样品（质量为m1），并将样品放置在玻璃烧杯中。

8.2.2 仔细添加50ml的盐酸（5.5），并用表皿盖在玻璃烧杯上。将其放置在电炉边缘，并在低温下分解最少30min。

8.2.3 取出玻璃烧杯，稍微冷却，小心添加50ml硝酸（5.6）并等待初期反应，此反应一般在添加后10min出现。反应完成后，再添加50ml硝酸（5.6）。

8.2.4 将玻璃烧杯放置在电炉上，加热至沸腾。保持沸腾至溶液体积减半。

如果残留物为黑色，从电炉中取出玻璃烧杯，小心添加几毫升过氧化氢（5.7），保持沸腾2min。重复前述添加过氧化氢（5.7）的方式，直至无黑色残留物。

8.2.5 缓慢添加50ml热水，再加热至沸腾。保持沸腾1min。让溶液冷却并静置5分钟。

8.2.6 采用中号滤纸过滤溶液，首先用热盐酸（5.5）清洗残留物，最后用热水清洗。重复用热水清洗直至：

——对于铜粉和青铜粉，清洗水中用二乙基二硫代氨基甲酸钠（5.9）未检测出铜盐，或者

——对于锡粉，清洗水中用硫化钠（5.10）或硫化氢（5.11）检测未检测出铜盐。

若担心存在硫酸铅，先采用热乙酸铵（5.8）清洗1或2次，再用水清洗。

8.2.7 称量坩埚（质量为m2），精确到0.0001g，将有残留物的过滤纸放在坩埚内。将坩埚放在电炉上干燥，烧焦滤纸。900~1000℃下，在烧结炉内烧结坩埚，直至装有残留物的坩埚冷却后连续称重值相差不超过0.0001g。将坩埚在干燥器中完全冷却。

8.2.8 确定装有残留物的坩埚的质量，精确到0.0001g（质量为m3）。

1. 结果的计算和表示

9.1 酸不溶物含量计算

酸不溶物含量（AIC），用质量百分比表示，如公式（1）所示：

……………… （1）

其中，

m1为测试样品的质量，单位为g；

m2为干燥、预处理前的空坩埚质量，单位为g；

m3为装有残留物的坩埚质量，单位为g。

9.2 精度

每次计算结果精确到0.01%。

9.3 可允许差异

两次测定结果最大可允许差异不能超过平均值的10%或绝对值的0.02%，以较大值为准。

9.4 平均值

报告两次测定结果的算术平均值，酸不溶物含量≤0.25％时，两次测定结果可允许差为0.02%，酸不溶物含量＞0.25％，两次测定结果可允许差为0.05％。

1. 试验报告

测试报告应包括如下信息：

a）对此文件的参考，即iso 4496；

b）鉴定测试样品所需的所有详细信息；

c）获得的结果；

d）本标准中未指定或视为可选的所有操作；

e）可能影响测试结果的任何事件的详细信息。

参考文献

[1] ASTM E832-81, Standard Specification for Laboratory Filter Papers