

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-Determination of acid-insoluble content

in iron, copper, tin and bronze powders

（ISO 4496:2017, IDT）

（送审稿）

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、山东鲁银新材料科技有限公司、东睦新材料集团股份有限公司、钢铁研究总院有限公司、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、李楠楠、胡强、汪礼敏、卢彩涛、李娜、赵晶、冯伟立、李玲霞、张煦、尹冬凡、栗生辰、杜育芝、许洁、祝伟。

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。

不溶物质指原材料或生产过程中引入的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。

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. 用途

此方法可应用于未添加润滑剂的铁粉、铜粉、锡粉、青铜合金粉以及铜锡混合粉末。

1. 试剂

分析过程中，仅采用分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水，所需试剂见表1。

表1 所需试剂

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 粉末种类 | 试剂 | 密度，ρ  g/mL | 溶液浓度 |
| 铁 | 盐酸（5.1） | 1.19 | 1+1 |
| 盐酸（5.2） | 1.19 | 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） | —— | 200 g/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. 设备

6.1 **试验室天平**：有足够量程且称量精确到±0.0001 g。

6.2 **玻璃过滤漏斗**：直径约70 mm。

6.3 **过滤纸**：无灰分等级（残留灰分小于0.01 ％[1]），中速沉淀，直径约110 mm。

6.4 **马弗炉**：温度可达900 ℃~1000 ℃。

6.5**石英或陶瓷坩埚**：在900 ℃~1000 ℃下预处理至恒定重量，贮存在干燥器中。

1. 试样

7.1 试样的数量

测量两个试样以确定不溶物质的含量。

7.2 试样的质量

试样的质量应约为5 g。

1. 试验步骤

8.1 铁粉

8.1.1 称取约5 g（精确到0.0001 g）粉末作为试料（质量为m1），并将试样放置在玻璃烧杯中。

8.1.2添加100 mL的盐酸（5.1），在玻璃烧杯上盖上表面皿，室温下直立放置至反应结束（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，盐酸（5.1）中再添加20 mL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1 min。再添加150 mL水，加热至沸腾，保持沸腾1 min，溶液冷却后静置5 min。

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，直至水中不能检测到铁盐，检测试剂可选用硫氰化钾（5.3）。

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

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

8.2 铜、锡和青铜粉末

8.2.1 称取约5 g（精确到0.0001 g）粉末作为试料（质量为m1），并将试料放置在玻璃烧杯中。

8.2.2 添加50 mL的盐酸（5.5），在玻璃烧杯上盖上表面皿。将玻璃烧杯放置在电炉边缘，在低温下分解最少30 min。

8.2.3 取下玻璃烧杯，稍冷后，添加50 mL硝酸（5.6）等待初期反应，初期反应一般在添加硝酸10 min后出现。反应完成后，再添加50 mL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，添加少量过氧化氢（5.7），保持沸腾2 min。重复添加过氧化氢（5.7）的步骤至无黑色残留物。

8.2.5 添加50 mL热水，再加热至沸腾，保持沸腾1 min后使溶液冷却并静置5 min。

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。重复用热水清洗至：

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

——对于锡粉，水中用硫化钠（5.10）或硫化氢（5.11）不能检测出铜盐。

若担心存在硫酸铅，先用热乙酸铵（5.8）清洗1次或2次，再用水清洗。

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

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

1. 计算结果的表示

9.1 酸不溶物含量计算

酸不溶物含量（AIC），用质量分数表示，如公式（1）所示：

 （1）

其中，

m3—装有残留物的坩埚质量，单位为g；

m2—干燥、预处理前的空坩埚质量，单位为g；

m1—试料的质量，单位为g。

9.2 精度

计算结果精确到0.01%。

9.3 允许差

两次测定结果最大允许差应不超过平均值的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，修约至0.02%，酸不溶物含量＞0.25 ％，修约至0.05％。

1. 试验报告

测试报告应包括如下信息：

a）本文件编号；

b）鉴定试料所需的所有详细信息；

c）获得的结果；

d）本文件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