



中华人民共和国国家标准

GB/T 5158.1-202X/ISO 4491-1:2023
代替GB/T 5158.1-2011

金属粉末 还原法测定氧含量 第1部分：总则

Metallic powders—Determination of oxygen content by reduction methods—

Part 1: General guidelines

(ISO 4491-1:2023, IDT)

(征求意见稿)

202X-X-X-X发布_____

202X-X-X-X实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

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。

本文件是GB/T 5158《金属粉末 还原法测定氧含量》的第1部分。GB/T 5158已经发布了以下部分：

- 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：可被氢还原的样；
- 第4部分：还原-提取法测定总氧量。

本文件代替GB/T 5158.1-2011/ISO 4491-1:1989《金属粉末 还原法测定氧含量 第1部分：总则》，与GB/T 5158.1-2011/ISO 4491-1:1989相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了“本文件是金属粉末还原法测定氧含量系列标准中的第1部分”的描述（见第1章）；
- b) 将“本文件的试验方法适用于所有金属、合金、硬质合金...”中的“硬质合金”改为“碳化物”；将测试条件下的粉末“应除去润滑剂和有机粘结剂”更改为“粉末应不含润滑剂或有机粘合剂”（见第1章）；
- c) 更新了规范性引用文件（删除了所引用的ISO文件所注年份）；
- d) 将第5章的标题由“根据所用的测试方法得到的结果的含义”改为“根据所用的方法对结果的理解”；将5.1.1标题改为“在测试规定的温度下，仅以下金属的氧化物可被氢全部还原”。
- e) 将“与可被氢还原的氧化物相当的氧含量”更改为“对应于可被氢还原的氧化物的氧含量”（见5.1.4，方法1、方法2，2011版4.1.4，方法1、方法2）；
- f) 新增了“表1 当金属氧化物被氢还原时分析结果的表示”（见第6章）；
- g) 更改了第6章和第7章的顺序，将“标准方法的实际应用”改为第7章（见2011版的第5章）；
- h) 将“表2 不同的方法测定的氧含量”放到第7章中（见第7章，2011版第6章），表2中的注释改为：“注：本表假设不存在湿气、吸附气体、挥发性金属及可再氧化金属的干扰。”；
- i) 把标准条款5.1.4中“注：参照5.1.2d……”中的内容改为文本内容（见2011版4.1.4中的“注：……”）。

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：广东省科学院新材料研究所、钢铁研究总院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、中南大学。

本文件主要起草人：王娟、郑志斌、谭立新、王帅、李继康、张淑兰、熊晓燕、伍超群、凌继容、撒志远。

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

金属粉末 还原法测定氧含量

第1部分：总则

1 范围

本文件是金属粉末还原法测定氧含量系列标准中的第1部分。本文件规定了还原法测定金属粉末中氧含量的总则，并为正确解释所获结果提供了一些建议。

本文件的试验方法适用于所有金属、合金、碳化物及其混合物的粉末。在试验条件下，粉末的组分应无挥发性。粉末应不含润滑剂或有机粘合剂。

然而，存在某些取决于所分析金属的性质局限性。这些局限性在第5章中讨论。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5158.2 金属粉末 用还原法测定氧含量 第2部分：氢还原时的质量损失（氢损）（ISO 4491-2，IDT）

GB/T 5158.3 金属粉末 用还原法测定氧含量 第3部分：可被氢还原的氧（ISO 4491-3，IDT）

GB/T 5158.4 金属粉末 用还原法测定氧含量 第4部分：还原-萃取法测定总氧（ISO 4491-4，IDT）

GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法（ISO 3954，IDT）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 样品

样品的取样按GB/T 5314的规定进行。

样品应在以接收状态下进行测试。

注：金属粉末通常是易于与空气和水汽反应的物质，因此，对于其受检样品的处理和贮存应特别注意。取出样品后应马上分析。

5 根据所用的方法对结果的理解

5.1 氢为还原剂

5.1.1 在测试规定的温度下，仅以下金属的氧化物可被氢全部还原：

Fe、Ni、Co、Cu、Ag、Sn、Pb、W、Mo、Re。

所有其他常见氧化物均不可被还原，特别是氧化铝（ Al_2O_3 ）、氧化硅（ SiO_2 ）、氧化锆（ ZrO_2 ）以及碱金属、碱土金属及大多数稀土金属的氧化物。铬、锰、钛和钒的氧化物可能被部分还原。

5.1.2 在还原过程中，粉末中的组分还会发生其他反应：

- a) 样品中存在的水蒸汽和/或碳氢化合物，以及可能通过吸附或吸留在粉末中的气体，在加热过程中会释放出来。
- b) 粉末中的元素，如碳、氮、硫、磷（游离态或化合态），可能会被完全或部分去除，这是由于它们本身易挥发，或它们与氢或粉末中的氧化物反应生成易挥发性化合物。
- c) 粉末中的某些金属，如铅、锡、镉、锌，根据试验条件，可部分或完全挥发。
- d) 在规定试验条件下，粉末中的碳也能还原氧化物，甚至可能还原那些通常不会被氢还原或只能被氢部分还原的氧化物，例如铬、锰和钒的氧化物。
- e) 含有对氧亲和力高的金属元素（如铬、锰、硅、铝和钛）的合金粉末，在试验过程中可能因与大气或与较难还原的氧化物发生反应而被氧化，导致所测的氧含量明显降低。

5.1.3 在 GB/T 5158.2 中规定的氢损法，是测定试样在氢中进行特定的热处理时的质量损失。最初，该试验被认为可以估算金属粉末（其氧化物可被氢还原）的氧含量。然而，随着更复杂或合金化粉末的出现，5.1.2 中考虑的所有反应都可能对所测得的质量损失产生正面或负面的影响。因此，该测试方法纯粹是常规性的，其重现性要求严格遵守操作规程。该方法通常用于 ISO 4491-2 中所说的对某些特定金属粉末的常规控制。

5.1.4 在 GB/T 5158.3 规定的可被氢还原的氧化物中氧含量的测定方法，是通过滴定法测量这些氧化物被氢还原生成的水的含量。与氢损法相比，该方法更具特异性，原因如下：

——通过低温预处理予以预防，可防止湿气和所吸附气体的干扰。在操作过程中稍作修改，就可以测定样品中的水含量。

——避免了非金属和挥发性金属的干扰。

然而，可能需要考虑样品中存在的碳的干扰。某些本来可能被氢还原的金属氧化物，有一部分会被碳还原，产生一氧化碳或二氧化碳，而这些气体无法通过水滴定法测量。因此，会得到较低的结果。为此，规定了两种替代方法：

——方法 1：对应于可被氢还原的氧化物的氧含量，不考虑碳的干扰。当已知所取粉末几乎不含碳 [例如碳的质量分数 $C < 0.02\%$] 或碳是以非应形式存在时，该方法在实践中适用。其测试结果代表来自可被氢还原的氧化物的氧含量。

——方法 2：对应于可被氢还原的氧化物的氧含量，考虑碳的干扰。在此方法中，由某些氧化物被碳还原所释放出并存在于氢气载气中的 $CO + CO_2$ 气体，在 $380^\circ C$ 下通过镍催化剂定量转化为甲烷和水。测定得到的总水量代表了源于可被氢还原的氧化物的氧含量，无论实际还原是通过氢还是碳进行的。

参照 5.1.2 d)，某些氧化物可被碳部分还原，即那些原本不会被氢还原的氧化物。在这种情况下，试验条件应经特殊协议确定，并且对结果的解释应非常谨慎。

5.2 碳作为还原剂：还原-提取法

GB/T 5158.4 规定的方法是基于样品在很高的温度（ $2000^\circ C \sim 3000^\circ C$ ）下，于真空或纯的惰性气体（例如氩气）中被石墨来还原。根据所分析金属的不同，选择操作条件，以使所有氧化物即使是最难熔的氧化物都能被完全还原。由于任何干扰都被完全排除，结果准确地代表了样品的总氧含量。

6 还原法测定氧含量的方法实施概要

考虑两种情况：

- a) 氧化物可被氢还原（“氢可还原”）且可能含有碳的金属，例如，例如：

Fe、Ni、Co、Cu、Ag、Sn、Pb、W、Mo、Re。

当此类金属被氢还原时，氧含量和碳含量的行为由表 1 所示的分析结果表示。

表1 当金属氧化物被氢还原时分析结果的表示

氧含量	可被氢还原的氧化物	O_H
	可被碳还原的氧化物	O_C
	残留（未被还原）的氧化物	O_r
已反应的碳含量		C_o

b) 任何金属（含或不含碳）

当被石墨完全还原时（还原-提取法），可测得总氧含量 O_t 。

7 标准方法的实际应用

表2 根据所分析粉末的类型以及待测氧的性质，总结了可应用的方法。需要强调的是，多种方法的组合可以提供精确的信息，例如：

——关于“可被氢还原的氧”和“不可被氢还原的氧”，即在“可被氢还原”的金属中有难熔氧化物的存在；

——当碳存在时，其对氧化物还原的内部影响。

一个有趣且可行的替代方法是，对已经过氢还原的试样（通过氢损试验或可被氢还原的氧试验）进行总氧含量的测定。通过这种方式，可以测定在氢还原条件下未被氢（和被内部碳）还原的氧含量。

表2 不同的方法测定的氧含量

粉 末	方 法				
	氢 损	可被氢还原的氧		还原-提取法	
		直接法	对碳的修正/校正?	初始样品/原始样品?	被氢还原的样品
可被氢还原的氧化物的金属					
不含碳	O_H	O_H	O_H	$O_t = O_H + O_r$	O_r
含碳	$O_H + O_C + C_o$	O_H	$O_H + O_C$	$O_t = O_H + O_C + O_r$	O_r
其他金属				O_t	

注：本表假设不存在湿气、吸附气体、挥发性金属及可再氧化金属的干扰。