

粉末冶金材料高硫测定方法

钢铁中硫是有害杂质，其含量需要严格控制。而粉末冶金材料中，为了提高和改善制品性能，往往需要加入或渗入百分之几甚至更高的硫或硫化物。因此用于测定低硫的方法及与之相适应的标准钢样均满足不了测定高含硫量的要求。本文对粉末冶金材料的高硫测定方法进行了探讨。

1. 基准物质的选择：钢铁中硫的测定普遍采用燃烧—碘量法。此法用含量相当的经重量法定值的标钢定碘液浓度。鉴于钢铁生产中硫含量较低，故此法不能用于高硫测定。因此，需要选择适宜的基准物质来标定碘液的浓度。本方法选择硫酸钡作为基准物质来标定碘标准溶液的浓度。硫酸钡结构组成稳定，不风化、不潮解，理论含硫量为13.74%，1200°C开始分解，在高温氧化流中分解产生二氧化硫。

2. 助溶剂的选择：硫酸钡的熔点为1580°C，在1200°C开始微弱分解。在管式炉的使用温度范围内，必须加助熔剂来降低熔点。本方法经过条件试验，认为选择五氧化二钒作助熔剂，硫酸钡分解最快、最完全。

3. 分解温度的选择：为了选择二氧化硫分解率最高的分解温度，进行了温度对分解率影响的实验，并作出了温度一分解率曲线。试验证明，硫酸钡在助溶剂作用下，1000°C就可以熔解，产生二氧化硫和三氧化硫，在不同温度下分解率不同。在1200°C时分解率最高。因此，试验温度确定为1200°C。

4. 二氧化硫回收率的测定：二氧化硫回收率是衡量硫酸钡能否作为燃烧—碘量法测量基准物质的依据。试验数据表明，在助溶剂作用下，硫酸钡在1200°C时二氧化硫的分解率可以稳定在75—79%的范围内，因而可以作为基准物质。

5. 准确度：用硫酸钡标定碘液浓度测定含硫理论值为0.68%的标准样品（加入法制备）；另取上述碘液稀释10倍后用标钢标定其浓度，然后将该浓度值乘以10后计算标准样品含量（即分别用硫酸钡和标钢标定的碘液浓度来计算标准样品的含硫量）。试验结果表明，用标钢标定浓度进行计算的结果相对误差为14%，而用硫酸钡标定浓度进行计算的结果相对误差只有4%。

本方法适应粉末冶金材料中硫的测定的特殊性，提高了试验准确度。

〔北京粉末冶金研究所 刘鸿汎〕

30钼粉末锻钢齿轮预制坯的真空烧结

试样为粉末锻造齿轮的预制坯。原料粉末为铁—钼共还原粉，内含还原氧0.1—0.3%，碳约0.05%，酸不溶物约0.15%，总铁约98%。混料时分别加入碳0.45%，0.55%，0.65%，以试验测定碳在真空烧结中的变化。另加油酸0.4%，机油0.20%作润滑剂，混粉2小时。真空烧结在上海电炉厂的SL70-90A真空电阻炉中进行。该炉具有耐火砖炉衬，炉膛体积为Φ300×h300，可装料50kg，有强迫炉膛水冷装置，额定功率15kW，阻丝加热最高温度1200°C，工作真空间度 1×10^{-3} mmHg。压坯在真空烧结前脱油处理，以防止润滑剂在真空中加热时发生干馏，污染真空系统和制品。脱油在氢气保护下进行，在400°C下处理45分钟至1小时。将脱油后压坯放入炉膛，用机械泵将炉内抽至 3×10^{-2} mmHg，即可开始通电加热。真空炉加热后，真空间度下降，在400°C时有一个低值。此时，对应于粉末压坯，释放出所吸附的H₂O和空气；当温度达到600—800°C时形成第二个低值，对应于粉末压坯中的氧化铁被碳所还原，释放出CO；在1000—1150°C形成第三个低值，MnO₂，Cr₂O₃等金属氧化物均能被碳还原。保温过程中真空间度逐渐上升，至保温结束时达 7×10^{-2} mmHg。在断电冷却过程中，真空间度可达 3×10^{-2} mmHg。

真空烧结应注意如下问题：

1. 压制润滑剂在真空烧结前的处理

对以硬质酸锌和机油为润滑剂（加入量分别为粉末总重的0.4—0.8%和0.2%）的试样进行直接真空烧结实验。烧结件呈乌黑色，表面为一厚层碳膜，内部呈黑黄色（在其破断面上），破断面近表面处色深黑，内层色泽为浅黄黑色，此为试样被油类在真空下加热干馏后的生成物污染所致，因此必须在真空烧结前进行脱油处理。

脱油压坯经真空烧结后仍有一薄层膜，压溃后断面仍有轻度污染，呈淡黄色。故须采用更易于挥发的油酸作粉末内润滑剂，以保证制品的烧结质量。

2. 真空烧结制品含碳量的控制

采用如前所述原料粉末和工艺压制出试样。脱油并经真空烧结后化验其含碳量，结果如表1。测定试样各层含碳量，结果如表2。表2表明，真空烧结后制品表面及心部含碳量相同。