



中华人民共和国国家标准

GB/T 19345.2—2017
部分代替 GB/T 19345—2003

非晶纳米晶合金 第2部分： 铁基纳米晶软磁合金带材

Amorphous and nanocrystalline alloy—
Part 2: Fe-based nanocrystalline soft magnetic alloy strips

2017-10-14 发布

2018-07-01 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



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.4—2008
代替 GB/T 5121.4—1996, GB/T 13293.13—1991

铜及铜合金化学分析方法 第4部分：碳、硫含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 4: Determination of carbon and sulfur content

(ISO 7266:1984, Copper and copper alloys—Determination of sulfur
content—Combustion titrimetric method, MOD)

2008-06-17 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分：铜含量的测定；
- 第 2 部分：磷含量的测定；
- 第 3 部分：铅含量的测定；
- 第 4 部分：碳、硫含量的测定；
- 第 5 部分：镍含量的测定；
- 第 6 部分：铋含量的测定；
- 第 7 部分：砷含量的测定；
- 第 8 部分：氧含量的测定；
- 第 9 部分：铁含量的测定；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：锌含量的测定；
- 第 12 部分：铈含量的测定；
- 第 13 部分：铝含量的测定；
- 第 14 部分：锰含量的测定；
- 第 15 部分：钴含量的测定；
- 第 16 部分：铬含量的测定；
- 第 17 部分：铍含量的测定；
- 第 18 部分：镁含量的测定；
- 第 19 部分：银含量的测定；
- 第 20 部分：锆含量的测定；
- 第 21 部分：钛含量的测定；
- 第 22 部分：镉含量的测定；
- 第 23 部分：硅含量的测定；
- 第 24 部分：硒、碲含量的测定；
- 第 25 部分：硼含量的测定；
- 第 26 部分：汞含量的测定；
- 第 27 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。硫的质量分数在 0.001 0%~0.002 0%仲裁时推荐采用方法二。硫的质量分数在 0.010%~0.030%仲裁时推荐采用方法一。

本部分方法三等同采用 ISO 7266:1984《铜和铜合金-硫量的测定-燃烧滴定法》，与原国际标准相比作了如下编辑性修改：

- 用小数点“.”代替在国际标准中作为小数点的逗号“,”；
- 用“本方法”代替“本国际标准”；
- 修改了国际标准中非法定计量单位；
- 将公式、章条号、表号进行重新编序；
- 删除了国际标准中封面、目次、前言和引言。

本部分代替 GB/T 5121.4—1996《铜及铜合金化学分析方法 碳硫量的测定》和 GB/T 13293.13—1991《高纯阴极铜化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量》。

本部分与 GB/T 5121.4—1996 和 GB/T 13293.13—1991 相比主要有如下变动：

- 方法一是对 GB/T 5121.4—1996 的修订，补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款；
- 方法二是对 GB/T 13293.13—1991 的修订。测定范围由 0.000 4%～0.003 0% 修改为 0.000 4%～0.002 0%，补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款；
- 增加了方法三：等同采用国际标准 ISO 7266:1984《铜和铜合金——硫量的测定——燃烧滴定法》。

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。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法一由北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分方法一主要起草人：张敏、岳好峰、关金光。

本部分方法一主要验证人：周海收、冯先进、宋晓力、徐晓艳。

本部分方法二由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法二由甘肃西北铜加工有限责任公司、江西铜业集团有限公司参加起草。

本部分方法二主要起草人：冯先进、徐晓艳、黄月华。

本部分方法二主要验证人：赵义、刘建明、卢秋兰、占光仙。

本部分方法三由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所起草。

本部分方法三主要起草人：张敬华、李华昌、杨丽娟。

本部分方法三主要验证人：符斌、夏庆珠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5121.4—1996、GB/T 13293.13—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第4部分：碳、硫含量的测定

1 方法一 高频红外吸收法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中碳、硫含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中碳、硫含量的测定。测定范围：碳 0.001 0%~0.20%；硫 0.001 0%~0.030%。

1.2 方法原理

试料在助熔剂和氧气流下，高频感应加热熔融，碳和硫分别生成二氧化碳、二氧化硫，载入红外线检测器。根据被测气体吸收特定波长的红外光能变化测出碳和硫的质量。

1.3 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 丙酮。

1.3.3 氧气(>99.5%)。

1.3.4 氮气(>99.5%)。

1.3.5 碱石棉。

1.3.6 无水高氯酸镁。

1.3.7 镀铂硅胶。

1.3.8 玻璃棉。

1.3.9 纤维素。

1.3.10 钨锡型助熔剂：粒度约 400 μm ~800 μm 。

1.3.11 瓷坩埚($\phi \times h$: 25 mm $\times$ 25 mm)：使用前在马弗炉中，于 1 200℃灼烧至少 4 h，以降低并稳定空白。放冷至室温，储存于干燥器中待用。

1.3.12 铜及铜合金标准样品(碳的质量分数：0.002 6%~0.35%，硫的质量分数：0.002 6%~0.035%。)

1.4 仪器

1.4.1 高频加热红外线吸收仪：附电子交流稳压电源。

1.4.2 仪器应能达到下列指标：

——高频炉功率 1.0 kW~2.5 kW；

——频率大于 6.0 MHz；

——检测器灵敏度：0.000 1%。

1.5 试样

1.5.1 将样品制成 0.5 g~1.0 g 的小块或屑状样品。

1.5.2 试样需经丙酮清洗 1 次~2 次，冷风吹干，装入磨口瓶内备用。

1.6 分析步骤

1.6.1 试料

称取 0.4 g~1.1 g 试样(1.5)，精确至 0.001 g。

1.6.2 测定次数

独立地进行二次测定，取其平均值。

1.6.3 仪器准备

仪器预热 4 h 以上,检查仪器常数项至仪器处于正常。

1.6.4 仪器校准

分析前用适合的铜及铜合金标准样品(碳、硫的质量分数应接近或大于被分析试样的质量分数)校准仪器,校准程序按仪器说明书进行,加入助熔剂的质量应不小于试样的质量。校正后,用与被测试样质量分数相当的标准样品校准,结果应在标准样品允许差之内。否则,应重新校准。

1.6.5 空白值测定

测定前,将仪器的原始存空白值设置至为零。反复测定数次,直到稳定为止。

1.6.6 测定

将试料(1.6.1)放在坩埚内,将助熔剂(1.3.10)覆盖在试料上面,加入助熔剂的质量应不小于试样的质量,以下按仪器说明书规定程序操作。

1.7 分析结果的计算

由计算机自动给出碳和硫的质量分数。

1.8 精密度

1.8.1 重复性

在重复条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 1 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

碳的质量分数/%	0.001 0	0.009 0	0.044	0.10	0.20
重复性限(r)/%	0.000 4	0.000 8	0.002	0.006	0.01
硫的质量分数/%	0.002 6	0.005 0	0.017	0.026	—
重复性限(r)/%	0.000 3	0.000 5	0.002	0.003	—
注:重复性限(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准偏差。					

1.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 2 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 再现性限

碳的质量分数/%	0.001 0	0.009 0	0.044	0.10	0.20
再现性限(R)/%	0.000 4	0.000 9	0.004	0.007	0.01
硫的质量分数/%	0.002 6	0.005 0	0.017	0.026	—
再现性限(R)/%	0.000 4	0.000 6	0.002	0.004	—
注:再现性限(R)为 $2.83S_R$, S_R 为重复性标准偏差。					

1.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校

我们是谁？
我们是广州仪云科技有限公司，为材料行业客户提供**碳硫分析仪**、**氧氮氢分析仪**、以及**标准物质**、**耗材**等**整体实验室解决方案**，专业，专注，是材料企业实验室运营的最佳合作伙伴。

电 话(微信同号)：
18502066696 / 18602072636 / 15622269286



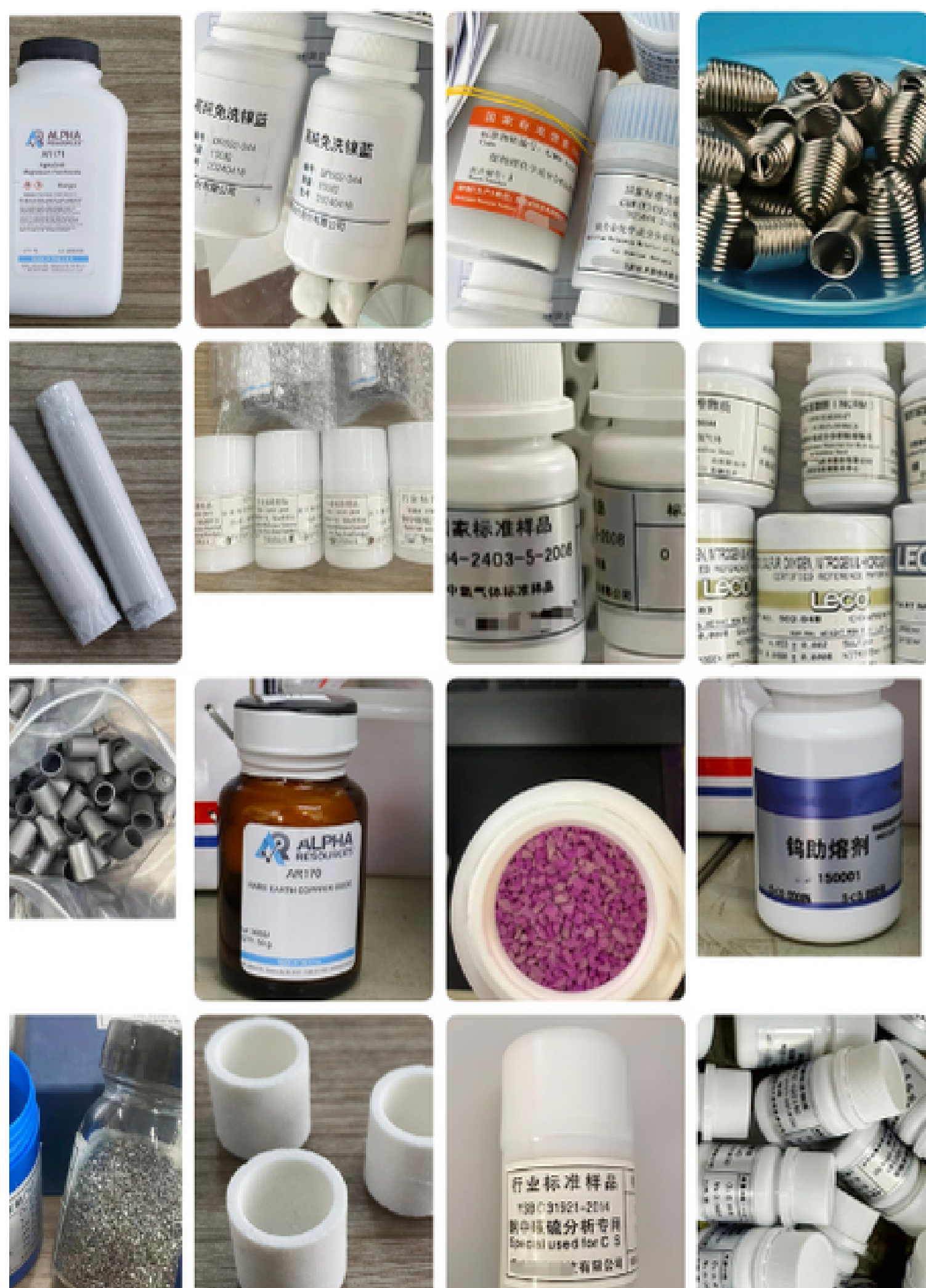
氧氮氢分析仪系列

仪器适用范围：黑色金属、有色金属、合金、超导材料、半导体材料、稀土材料、陶瓷材料、耐火材料、电池材料等金属非金属固体材料中的氧氮氢含量的测定。



高频红外碳硫分析仪系列

仪器适用范围：黑色金属、有色金属、合金、稀土金属、矿石、耐火材料、陶瓷材料、电池材料等金属非金属固体材料中的碳硫含量测定。



提供齐全的标样耗材:

石墨坩埚 陶瓷坩埚
稀土氧化铜 钨助熔剂
无水高氯酸镁 铁助熔剂
二氧化碳吸收剂
镍箔、镍囊、镍蓝等
各种碳硫分析仪和氧氮氢分析仪需要用到的标样耗材

核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

2 方法二 燃烧-碘量法

2.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硫含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硫含量的测定。测定范围:0.000 40%~0.002 0%。

2.2 方法原理

试样在 1 200℃~1 250℃氧气流中燃烧,将硫转化成二氧化硫被微酸性水溶液吸收,以淀粉为指示剂,用碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色并保持不褪色,即为终点。以消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积计算硫的质量分数。

2.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.3.1 碘化钾。

2.3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.3.3 淀粉溶液(10 g/L):称取 10 g 淀粉,以少量水调成糊状,加入 500 mL 沸水中并搅拌均匀、加热煮沸 2 min,取下放冷,以水稀释至 1 000 mL,加 5 滴~6 滴盐酸(2.3.2),混匀,放置至溶液澄清。

2.3.4 淀粉吸收液(0.25 g/L):移取 25.0 mL 淀粉溶液(2.3.3),加 15 mL 盐酸(2.3.2),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

2.3.5 碘酸钾标准滴定贮存溶液:称取 0.178 g 碘酸钾溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

2.3.6 碘酸钾标准滴定溶液

2.3.6.1 制备

移取 20.00 mL 碘酸钾标准贮存溶液(2.3.5)于 200 mL 容量瓶中,加 1 g 碘化钾(2.3.1),以水稀释至刻度,混匀。

2.3.6.2 标定

称取三份适量的已知硫的质量分数的紫铜标准样品(硫的质量分数为 0.00X%),分别平铺于瓷舟中,以下按操作步骤(2.6.5)进行。取三次标定结果的平均值,其三次标定所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的极差值不得大于 0.05 mL,否则重新标定。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c(S) = \frac{w(S) \times m}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c(S)$ ——单位体积碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的质量,单位为克每毫升(g/mL);

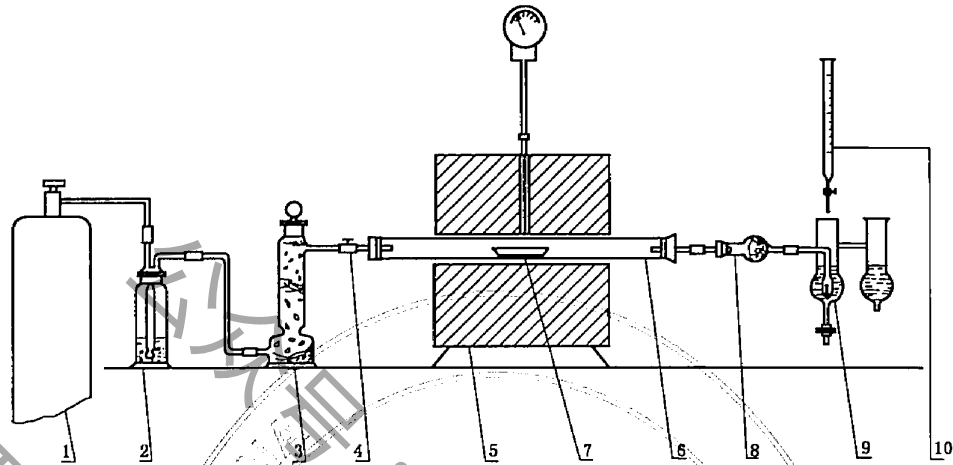
$w(S)$ ——铜标准样品中硫的质量分数,%;

V ——标定标准样消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——称取标样的质量,单位为克(g)。

2.4 仪器

燃烧-碘量法测定硫的装置:见图 1。



- 1—氧气瓶,附氧气表、减压阀;
2—洗气瓶:盛有用400 g/L 氢氧化钾溶液配制的40 g/L 高锰酸钾溶液;
3—干燥塔:下部盛无水氯化钙,上部盛干燥的氢氧化钾,中隔玻璃棉,塔顶和塔底均铺有玻璃棉;
4—三通活塞,辅助调节氧气流量;
5—管式电炉:装有硅碳棒的卧式电炉,附有调压器、电流计、电压计、铂铑热电偶和高温计;
6—无釉瓷管:内径15 mm~20 mm,管的两端各伸出炉外180 mm~200 mm。新瓷管于使用前应在约1 000℃通入氧气灼烧10 min;
7—无釉瓷舟:长70 mm~130 mm,宽7 mm~12 mm,高5 mm~10 mm。使用前应在约1 000℃通入氧气灼烧30 min,冷却后,置于干燥器中备用。干燥器磨口处不得涂凡士林之类的物质;
8—除尘器:内装脱脂棉;
9—双圆筒形玻璃吸收器:高约160 mm,直径约40 mm。一个圆筒作吸收用,另一个圆筒作色泽比较用;
10—微量滴定管:容量5 mL或10 mL。

图1 燃烧碘量法测定硫装置

2.5 试样

厚度不大于1 mm的碎屑。

2.6 分析步骤

2.6.1 试料

按表3称取试样(2.5),精确至0.000 1 g。

表3 试料量

硫的质量分数/%	试料质量/g
0.000 4~0.001 0	33.000
>0.001 0~0.002 0	2.000

2.6.2 测定次数

独立的进行2次测定,取其平均值。

2.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.6.4 预试验

2.6.4.1 将试料(2.6.1),平铺于瓷舟,置于干燥器中待测。

2.6.4.2 接通管式炉的电源,将可控硅电压调正器按钮置于“手动”位置,分2次或3次逐渐加大电压,随后将电压调整器按钮置于“自动”位置,使炉温逐渐升至1 200℃。

2.6.4.3 向测定硫装置内通入氧气,关闭出气口活塞,若氧气流量表上的浮标保持一定压力而不上升,则表示装置不漏气,否则,必须调整装置。

2.6.4.4 向二氧化硫吸收瓶中加 10 mL~15 mL 淀粉吸收液(2.3.4),加入 2 滴~3 滴碘酸钾标准滴定溶液(2.3.6),此时溶液呈浅蓝色,在 1 200℃炉温下,以 1 000 mL/min 流量通入氧气 4 min~5 min,若浅蓝色褪去则再加 2 滴~3 滴碘酸钾标准滴定溶液(2.3.6),使溶液呈浅蓝色,继续通氧直至溶液不褪色为止,弃去吸收液,以水洗净二氧化硫吸收瓶。向二氧化硫吸收瓶中加 15 mL 淀粉吸收液(2.3.4),在通氧情况下滴加碘酸钾标准滴定溶液(2.3.6),使溶液恰好呈浅蓝色不褪,关闭出气口活塞。

2.6.5 测定

用镍铬合金钩将盛有试样的瓷舟迅速推入管式电炉中瓷管的高温区,立即用橡胶塞塞紧瓷管口,迅速以 1 000 mL/min 流量通入氧气约 0.5 min,打开出气口活塞。使二氧化硫气体被吸收液吸收。当吸收液的浅蓝色被还原褪色时,立即用碘酸钾标准滴定溶液(2.3.6)滴定,直至溶液呈浅蓝色并保持不褪色,即为终点。弃去吸收瓶中溶液,并用水洗净吸收瓶。

2.7 分析结果的计算

按式(2)计算硫的质量分数 $w(S)$,数值以%表示:

$$w(S) = \frac{c(S) \times V_1}{m_0} \times 100 \quad \text{.....(2)}$$

式中:

$c(S)$ ——单位体积碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——滴定时消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第四位。

2.8 精密度

2.8.1 重复性

在重复条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 4 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 4 数据采用线性内插法求得:

表 4 重复性限

硫的质量分数/%	0.000 4	0.001 1	0.002 0
重复性限(r)/%	0.000 2	0.000 2	0.000 3
注:重复性限(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准偏差。			

2.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 5 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 5 数据采用线性内插法求得:

表 5 再现性限

硫的质量分数/%	0.000 4	0.001 1	0.002 0
再现性限(R)/%	0.000 2	0.000 3	0.000 4
注:再现性限(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准偏差。			

2.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

3 方法三 燃烧滴定法

3.1 范围

本方法规定用燃烧滴定法测定铜和铜合金中的硫含量。

本方法适用于在 ISO 国际标准中所列各种铜及铜合金中硫含量大于 0.010% (m/m) 的测定。

3.2 方法原理

试料于 1 250℃ 在氧中燃烧, 燃烧气体吸收于稀的过氧化氢溶液中。在甲基红-亚甲蓝混合指示剂存在下, 用硼酸钠滴定所生成的硫酸。

3.3 试剂

3.3.1 过氧化氢(约 3 g/L 溶液): 用水稀释 10 mL 30% (m/m) 的过氧化氢至 1 000 mL。

3.3.2 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.0025 \text{ mol/L}$]: 稀释 14 mL 硫酸 ($\rho 1.84 \text{ g/mL}$) 至 1 000 mL。再稀释 10 mL 此溶液至 1 000 mL。

3.3.3 混合指示剂: 在 100 mL 乙醇中溶解 0.120 g 甲基红和 0.80 g 亚甲蓝。

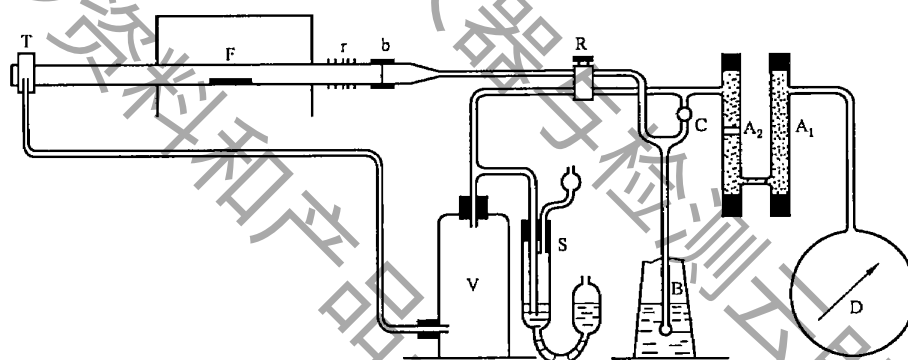
3.3.4 硼酸钠标准滴定溶液: 在 1 000 mL 单标线容量瓶中溶解 1.1895 g 十水合硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 于水中并稀释至刻度。此标准 1 mL 溶液相当于 100 μgS 。

3.4 仪器

普通实验室仪器以及

3.4.1 滴定管: 25 mL, 分刻度为 0.05 mL。

3.4.2 燃烧装置(见图 2)由下述组成:



- A₁ 和 A₂——净化管(3.4.2.2);
- B——吹泡管(3.4.3.2);
- C——出口阀(3.4.3.3);
- D——调压器与流量计(3.4.2.1);
- b——橡胶套(3.4.2.9);
- r——冷却圈(3.4.2.10);
- F——燃烧炉(3.4.2.8);
- S——水银调节阀与安全管(3.4.2.4);
- R——二通道阀(3.4.2.3);
- V——减压容器(3.4.2.5);
- T——燃烧管(3.4.2.6)。

图 2 硫燃烧舟测定装置

3.4.2.1 氧气瓶: 带调压器和流量计(D)。氧气不含硫。

3.4.2.2 净化管(A₁ 和 A₂): A₁ 中填充经氢氧化钠处理过的石棉。A₂ 的底部用无水高氯酸镁填充至瓶高的 3/4, 其上部填充五氧化二磷。这两种物质用玻璃棉塞分隔开。

3.4.2.3 双通道阀(R): 具有 3 mm~4 mm 管道。通过此阀, 氧气可流入燃烧管 T(3.4.2.6), 而燃烧气体则能流入吹泡管 B(3.4.3.2)

3.4.2.4 水银调节阀(S)配有平衡瓶和安全管。水银面由平衡瓶调节, 以致当 R 阀(3.4.2.3)打开时, 燃烧气体从燃烧管以 2.5 L/min 速度流出时可形成密封。当开启 R 阀时, 便形成过压, 水银密封即起

3.4.2.6 燃烧管(T):由无孔耐火材料制成。在其内放置装试料的燃烧舟(见3.7.2)。

3.4.2.7 燃烧舟:事先在氧气流 1 250℃下煅烧过(见 3.7.3)。

3.4.2.9 燃烧气导出管:其直径与燃烧管 T(3.4.2.6)相同,通过一橡胶接套(b)与其相连接。

3.4.2.10 水冷圈(r):用以冷却燃烧气体。

3.4.2.11 扰性塑料管:供各处连接之用。

3.4.3 吸收装置:由下述组成(见图2、图3);

3.4.3.1 吸收容器:250 mL

3.4.3.2 吹泡管(B):一端有孔(见图3),浸入过氧化氢溶液(3.3.1)中。

3.4.3.3 出口阀(C):位于净化管 A₁、A₂ 吹泡管 B 之间。借助于此阀,可以保持经常有稍许氧气流入吸收容器(3.4.3.1)从而防止过氧化氢溶液(3.3.1)进入吹泡管 B(3.4.3.2)



图 4 燃烧管金属冷却头

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取 $1\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ 试样置于燃烧舟(3.4.2.7)中。对含锌高的样品,尤其是黄铜,往其中加入 5 倍于试料质量的纯锡(见 3.7.1)。

3.5.2 空白试验

如燃烧管和烧舟已被煅烧处理,对本装置便可不进行空白试验。在高锌合金情况下,须使用与加入燃烧舟内相同质量的锡进行空白试验。

3.5.3 测定

预热炉子 F(3.4.2.8)至 $1\ 250^{\circ}\text{C}$,同时冷却圈 r(3.4.2.10)须正常冷却。将燃烧管 T(3.4.2.6)的两端连接好。

开启阀门 R(3.4.2.3)和 C(3.4.3.3),向系统通入氧气,用调压器与流量计 D(3.4.2.1)调节氧气流速在 2.5 L/min 。

关闭阀门 R,用阀门 C 把氧气流速调至 0.5 L/min 。向吸收容器(3.4.3.1)中加入 40 mL 过氧化氢溶液(3.3.1)、 160 mL 水和 4 滴~6 滴混合指示剂溶液(3.3.4)。把吹泡管 B(3.4.3.2)浸入溶液中。必要时,加入硫酸溶液(3.3.2)使指示剂呈紫色。

开启阀门 R,以 2.5 L/min 的流速向装置系统流入氧气 2 min ,以驱除二氧化碳,必要时,再调节调压器与流量计 D。

关闭阀门 R,向吸收容器中加入硼酸钠标准滴定溶液(3.3.4),直至溶液被中和,指示剂从紫色变为蓝色继而为绿色,当指示剂由蓝绿色变为亮绿色时便停止加入。

拔下炉头的塞子。用耐热金属杆把装有试料的燃烧舟(3.4.2.7)推入至炉子的最热区。

重新装上塞子,等候 2 min ,缓慢开启阀门 R,向燃烧管通入氧气 2 min ,然后关闭阀门 R,拔下塞子,取出燃烧舟(见 3.7.4)。

在吸收容器中用硼酸钠溶液进行滴定直至指示剂变为亮绿色。

3.5.4 校核试验

用已知硫含量的标准物质或合成试样进行预备试验,其程序如 3.5.1~3.5.3 之规定。

3.6 分析结果计算

按式(3)计算硫的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{S}) = \frac{V \times 0.000\ 1}{m} \times 100 = \frac{V}{100\ m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定消耗的硼酸钠标准滴定溶液(3.3.4)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料(1.5)的质量,单位为克(g);

$0.000\ 1$ ——与 1 mL 硼酸钠标准滴定溶液(3.3.4)相当的硫的质量,单位为克每毫升(g/mL);在高锌合金的情况下,硫含量计算值须扣除锡空白试验(3.5.2)时的硫量。

所得结果表示至小数点后第二位。若硫的质量分数小于 0.10% 时,表示至小数点后第三位。

3.7 分析步骤注释

3.7.1 含高锌的铜合金的分析

借助于向燃烧舟的试料中加入 5 倍与其质量的纯锡,本方法便可用于含锌高的铜合金,特别是铜-锌合金(黄铜)。如不采取此项措施,加热时锌会蒸馏出来,所形成的氧化锌将干扰硫的容量滴定。

3.7.2 燃烧管的预处理

当使用新燃烧管时,须使其尽可能大的部分在工作温度($1\ 250^{\circ}\text{C}$)或高于此温度进行煅烧,做法是将其沿炉子作纵向移动。

3.7.3 燃烧舟的煅烧

燃烧舟须在使用之当天进行煅烧,存放在干燥器中。通过空白试验以证实其不含硫。

3.7.4 多次测定

可以用同一支吹泡管和同一吸收溶液连续进行 5 次或 6 次测定。为尽量节省时间,当前一个试料一燃烧完全,马上推入下一个燃烧舟。滴定操作可在 2 min 的等候时间之内进行。

3.8 试验报告

试验报告须包括下列内容:

- a) 样品的识别;
 - b) 采用的方法标准;
 - c) 结果及其计算方法;
 - d) 测定中观察到的任何异常现象;
 - e) 本方法中未包括的或自选的可能影响结果的任何操作。
-

中华人民共和国
国家标准
铜及铜合金化学分析方法
第4部分：碳、硫含量的测定
GB/T 5121.4—2008

*

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

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 1 字数 21 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号：155066·1-33004 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 5121.4—2008

公众号：仪器与检测云助理
更多资料和产品-18602072636

前 言

GB/T 19345《非晶纳米晶合金》拟分为若干部分：

- 第1部分：铁基非晶软磁合金带材；
- 第2部分：铁基纳米晶软磁合金带材；
-

本部分为 GB/T 19345 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 19345—2003《非晶纳米晶软磁合金带材》中的铁基纳米晶软磁合金部分。

与 GB/T 19345—2003 标准相比，本部分主要变化如下：

- 标准名称改为《非晶纳米晶合金 第2部分：铁基纳米晶软磁合金带材》；
- 增加了术语部分(见第3章)；
- 增加了带材的分类、产品牌号命名规则(见第4章)；
- 修改了带材的磁性能指标(见 6.1, 2003 版的 4.3)；
- 细化了带材的规格，并分别规定了允许尺寸偏差(见 6.2, 2003 版的第3章)；
- 修改了对取样、试样制备和测试的相关规定(见 7.1、7.2、7.3、7.4, 2003 版的 6.2、6.3 和第5章)；
- 增加了带材叠片系数的要求和检验方法(见 6.3.2、7.3.3.1)；
- 修改了带材韧性的要求和检验方法(见 6.3.3、7.3.3.2, 2003 版的 4.4、6.3.3)；
- 细化了对包装、贮存、质量证明书的要求(见第8章, 2003 版的第7章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：安泰科技股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：卢志超、陈文智、李德仁、栾燕、刘国栋、李准、戴强、颜丞铭。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 19345—2003。

公众号：仪器与检测云助理
更多资料和产品-18602072636

非晶纳米晶合金 第2部分： 铁基纳米晶软磁合金带材

1 范围

GB/T 19345 的本部分规定了用快淬工艺制造的铁基纳米晶软磁合金带材的分类与牌号表示方法、一般要求、技术要求、检查和测试、包装、标志及质量证明书。

本部分适用于制造中高频变压器、共模电感、磁放大器、尖峰抑制器、电流互感器、滤波电感及传感器等所用铁芯,以及磁屏蔽和导磁所用片材的铁基纳米晶软磁合金带材(以下简称带材)。

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 2900.1 电工术语 基本术语

GB/T 9637 电工术语 磁性材料与元件

GB/T 13012 软磁材料直流磁性能的测量方法

GB/T 15019 快淬金属分类和牌号

GB/T 19345.1—2017 非晶纳米晶合金 第1部分:铁基非晶软磁合金带材

GB/T 19346.1 非晶纳米晶合金测试方法 第1部分:环形试样交流磁性能

GB/T 19346.2 非晶纳米晶合金测试方法 第2部分:带材叠片系数

3 术语和定义

GB/T 2900.1、GB/T 9637、GB/T 15019、GB/T 19345.1—2017 和 GB/T 19346.1 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出 GB/T 19345.1—2017 中一些术语和定义。

3.1

比总损耗 specific total loss

单位质量的均匀磁化材料所吸收的总功率,单位为瓦特每千克(W/kg)。

[GB/T 19345.1—2017,定义 3.1]

3.2

叠片系数 lamination factor

磁性材料所占的横截面积与堆积体总横截面积之比。

[GB/T 19345.1—2017,定义 3.3]

3.3

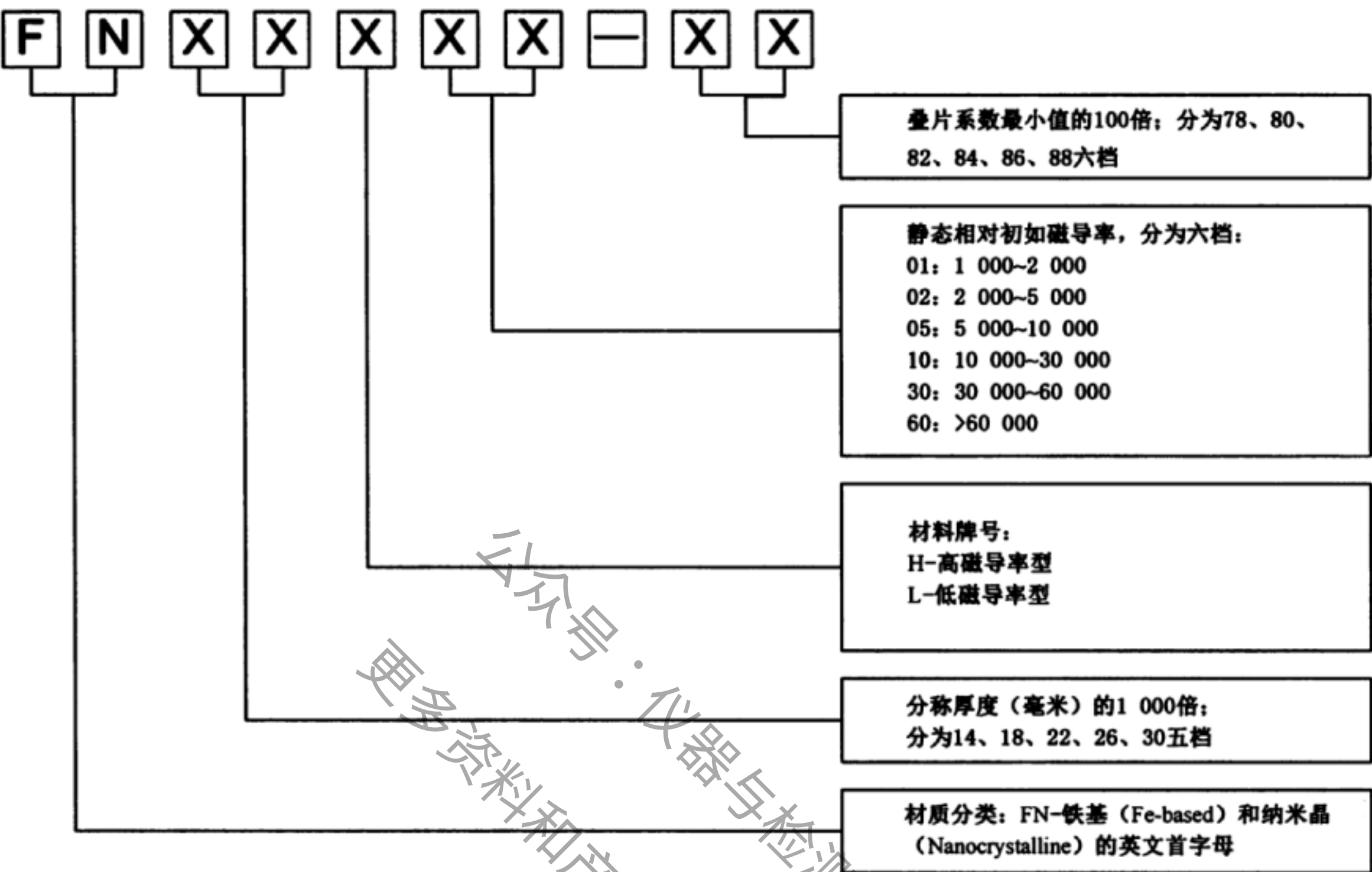
半工艺 semi-processed

供货时未进行最终热处理、而由用户进行最终热处理的产品状态。

[GB/T 19345.1—2017,定义 3.4]

4 分类与牌号表示方法

带材的牌号由五个字段及一个连接符组合而成，每个字段的定义如下：



5 一般要求

5.1 生产工艺

带材的生产工艺和化学成分由供方决定。

5.2 供货形式

- 5.2.1 带材一般以带卷的形式交货。带卷的尺寸及重量可由供需双方协商确定，并在合同中注明。
- 5.2.2 带卷应由同一宽度的带材卷成，中心衬以硬纸质、塑料或金属卷轴。
- 5.2.3 带卷的端面应平整，最大轴向高度应不大于带材公称宽度的 1.05 倍。
- 5.2.4 带卷的端面应无锈蚀、无手印、无异物、无损伤。
- 5.2.5 带卷应卷绕紧密，无局部松弛、无皱褶、无塌陷，在搬运时不会因自重而塌卷，在放卷时不发生横向偏移。
- 5.2.6 带材可能由于去除缺陷而产生接带。接带前后部分应为同一牌号、同一公称宽度。接头处应做出标记，连接应整齐并且不影响后续加工的正常运行。接带处如果采用其他材料连接，连接材料的材质应确保不损害带材在热处理前后的性能。如果带材在最终使用过程中与液体接触，连接材料不应与所接触的液体发生化学反应。

5.2.7 对带材交货形式的特殊要求可由供需双方协商确定。

5.3 交货条件

带材一般以无表面涂层的、非剪切的半工艺状态(制备态)交货。特殊要求可由供需双方协商确定。

5.4 表面质量

- 5.4.1 带材表面不应有锈蚀、油脂、手印、异物以及连续可见的氧化现象。
- 5.4.2 带材表面允许有直径不大于 1.0 mm 的针孔,但每平方厘米不应多于 1 个。
- 5.4.3 带材应平整光滑,不应有劈裂、毛边、凹坑、皱褶、折叠或影响使用的其他缺陷,带材边缘不应有裂口和毛刺。

5.5 剪切适应性

当使用适当的设备剪切时,带材的任意部位都应能够被剪切成通常的形状。

6 技术要求

6.1 物理性能

6.1.1 以半工艺状态(制备态)交货的带材应经过适当的热处理后才能获得所希望的磁性能,而带材的磁性能与取样和制样方法、试样形状和尺寸、试样热处理制度和测试方法等因素有关。因此,供方在提供带材磁性能数据的同时,应说明试样形状与尺寸、试样的热处理制度、测试方法、测试设备和测试条件。

注:带材的最终热处理一般由需方在加工成铁芯后进行。因此,需方在使用带材制造铁芯时,在参考供方提供的磁性能数据和推荐热处理制度的基础上,可根据自身的工艺装备状况,通过试验确定最佳热处理制度,以获得所希望的最佳磁性能。

6.1.2 带材的磁性能应符合表 1、表 2、表 3 和表 4 的规定。热处理工艺由供方提供,并在质量证明书中注明。对带材磁性能的特殊要求可由供需双方协商确定。

表 1 铁基纳米晶软磁合金带材的几何特性和直流磁性能

类别	牌号 ^a	静态相对初始磁导率 $\mu_{0.08}^b$	公称厚度 mm	叠片系数 不小于	磁通密度 B_{900}^b T 不小于	矫顽力 H_c A/m 不大于		
H	FN××H30-**	30 000~60 000	0.014 0.018 0.022 0.026 0.030	0.78	1.10	1.20		
	FN××H60-**	>60 000		0.80				
L	FN××L01-**	1 000~2 000		0.82		2.50		
	FN××L02-**	2 000~5 000		0.84				
	FN××L05-**	5 000~10 000		0.86				
	FN××L10-**	10 000~30 000		0.88				
^a 牌号中的××表示带材公称厚度(0.014 mm、0.018 mm、0.022 mm、0.026 mm 和 0.030 mm 中的任意一个)的 1 000倍;**表示带材叠片系数最小值(0.78、0.80、0.82、0.84、0.86 和 0.88 中的任意一个)的 100 倍。								
^b 相对初始磁导率 μ 和磁通密度 B 的下标表示测试时对试样施加磁场的强度值,其单位为安培每米(A/m)。								

表 2 高频变压器用铁基纳米晶软磁合金带材的牌号、规格和交流磁性能

类别	牌号 ^a	公称厚度 mm	叠片系数 不小于	比总损耗 $P_{0.5/20\text{ k}}$ ^b W/kg 不大于	相对幅值磁导率 $\mu_{20\text{ k}}$ ^c	相对幅值磁导率 $\mu_{50\text{ k}}$ ^c
H	FN18H60-***	0.018	0.78 0.80 0.82 0.84 0.86 0.88	15	>35 000	>30 000
	FN18H30-***				30 000~40 000	25 000~35 000
	FN22H60-***	0.022		20	>35 000	>30 000
	FN22H30-***				30 000~40 000	25 000~35 000
	FN26H60-***	0.026		30	>35 000	>30 000
	FN26H30-***				30 000~40 000	25 000~35 000
	FN30H60-***	0.030		40	>35 000	>30 000
	FN30H30-***				30 000~40 000	25 000~35 000
^a 牌号中的**表示带材叠片系数最小值(0.78、0.80、0.82、0.84、0.86 和 0.88 中的任意一个)的 100 倍。 ^b 比总损耗 P , 后面的下标分别表示测试时的磁通密度峰值和频率。 示例: $P_{0.5/20\text{ k}}$ 表示在磁通密度峰值 $B=0.5\text{ T}$ 、频率 $f=20\text{ kHz}$ 条件下的比总损耗。 ^c 相对幅值磁导率 μ 的下标表示测试频率。 示例: $\mu_{20\text{ k}}$ 表示在 20 kHz 下的相对幅值磁导率, 相对幅值磁导率 μ 的测试条件为: 磁场强度峰值 0.08 A/m。						

表 3 共模电感用铁基纳米晶软磁合金带材的牌号、规格和交流磁性能

类别	牌号 ^a	公称厚度 mm	叠片系数 不小于	比总损耗 $P_{0.3/100\text{ k}^b}$ W/kg 不大于	相对幅值磁导率 $\mu_{10\text{ k}^c}$	相对幅值磁导率 $\mu_{100\text{ k}^c}$
H	FN14H60-**	0.014	0.78 0.80 0.82	70	$\geq 55\ 000$	$\geq 25\ 000$
	FN18H60-**	0.018		80	$\geq 55\ 000$	$\geq 22\ 000$
	FN22H60-**	0.022		95	$\geq 60\ 000$	$\geq 20\ 000$
	FN26H60-**	0.026		120	$\geq 60\ 000$	$\geq 18\ 000$
L	FN××L10-**	0.014 0.018 0.022	0.84	120	12 000~30 000	10 000~18 000
	0.86		5 200~9 500		5 000~9 000	
	0.88		1 900~4 600		1 800~4 500	
			1 000~1 800		1 000~1 800	

^a 牌号中的××表示带材公称厚度(0.014 mm、0.018 mm 和 0.022 mm 中的任意一个)的 1000 倍;**表示带材叠片系数最小值(0.78、0.80、0.82、0.84、0.86 和 0.88 中的任意一个)的 100 倍。

^b 比总损耗 P , 后面的下标分别表示测试时的磁通密度峰值和频率。

示例: $P_{0.3/100\text{k}}$ 表示在磁通密度峰值 $B=0.3\text{ T}$ 、频率 $f=100\text{ kHz}$ 条件下的比总损耗。

^c 相对幅值磁导率 μ 的下标表示测试频率。

示例: $\mu_{10\text{k}}$ 表示在 10 kHz 下的相对幅值磁导率。相对幅值磁导率 μ 的测试条件为: 磁场强度峰值 0.08 A/m。

表 4 电流互感器用铁基纳米晶软磁合金带材的牌号、规格和磁性能

类别	牌号 ^a	公称厚度 mm	叠片系数 不小于	相对幅值磁导率 μ_{50}^b	剩余磁通密度 B_r T 不大于
H	FN××H60-**	0.018 0.022	0.78 0.80 0.82	80 000~180 000	—
L	FN××L01-**	0.026 0.030	0.84 0.86 0.88	1 000~2 000	0.05
^a 牌号中的××表示带材公称厚度(0.018 mm、0.022 mm、0.026 mm 和 0.030 mm 中的任意一个)的 1 000 倍;**表示带材叠片系数最小值(0.78、0.80、0.82、0.84、0.86 和 0.88 中的任意一个)的 100 倍。 ^b 相对幅值磁导率 μ 的下标表示测试频率。 示例: μ_{50} 表示在 50 Hz 下的相对幅值磁导率;相对幅值磁导率 μ 的测试条件为:磁场强度峰值 0.08 A/m。					

6.1.3 带材的其他基本物理参数参见附录 A 中表 A.1。

6.2 几何特性

6.2.1 厚度和允许偏差

6.2.1.1 带材的公称厚度为 0.014 mm、0.018 mm、0.022 mm、0.026 mm 和 0.030 mm。

6.2.1.2 带材的厚度允许偏差应符合表 5 的规定。特殊要求可由供需双方协商确定。

表 5 铁基纳米晶合金带材的厚度允许偏差 单位为毫米

公称宽度范围	公称厚度允许偏差 ^a	横向厚度允许偏差 ^b	纵向厚度允许偏差 ^c
	不大于		
≤50	±0.002	±0.001 5	平均厚度的±5%
>50	±0.002	±0.002 0	
^a 同一批次内公称厚度的允许偏差。 ^b 垂直于带材铸造方向上的厚度允许偏差。 ^c 平行于带材铸造方向上 2 000 mm 长度内的厚度允许偏差。			

6.2.2 宽度和允许偏差

6.2.2.1 带材宽度范围为 0.5 mm~150 mm。具体尺寸应在合同中确定。

6.2.2.2 纵向剪切带材的宽度允许偏差为±0.10 mm。特殊要求可由供需双方协商确定。

6.2.2.3 非剪切带材的宽度允许偏差应符合表 6 的规定。特殊要求可由供需双方协商确定。

表 6 铁基纳米晶合金非剪切带材的宽度允许偏差 单位为毫米

公称宽度范围	宽度允许偏差,不大于
<10	±0.10
10~50	±0.30
>50	±0.50

6.3 技术特性

6.3.1 密度

用于计算带材磁性能和叠片系数的密度由供方提供。

6.3.2 叠片系数

带材的叠片系数应符合表 1、表 2、表 3 和表 4 的要求。

6.3.3 韧性

按本部分的 7.3.3.2 检验后,在试样上所有 19 个对折点中,出现目视可见开裂的对折点的个数不应超过 3 个。

7 检查和测试

7.1 一般要求

7.1.1 带材应按批提交检查和测试。每个铸造炉次为一个验收批。

7.1.2 当带材以分卷的形式供货时,原验收批次上的测试结果适用于该分卷。

7.1.3 根据需方要求,并在合同中注明,供方可通过增加取样和试验频次等方法检查带材质量一致性。

7.2 取样

7.2.1 每批带材应分别在头、尾各取一个试样。当一个铸造炉次连续生产多个带卷时,应在每个带卷的尾部取一个试样。特殊要求可由供需双方协商确定。

7.2.2 试样不应有因机械损伤产生的皱褶、凹坑、破裂等缺陷,试样表面应清洁。

7.2.3 在卷上取样时,为了防止表面污染或机械损伤等因素对测试结果的干扰,取样应从带卷头部和尾部的第二层开始。

7.2.4 通过合理地安排测试次序,同一副试样可以用于测试多种特性。

7.3 试样制备

7.3.1 物理性能

将所取带材按照 GB/T 13012 和 GB/T 19346.1 规定的方法卷绕成环形试样,然后采用供方推荐的制度热处理。试样在热处理过程中,应使用非铁磁性金属或陶瓷衬环支撑试样内窗口,以防止试样发生变形。衬环的外径应与试样内径接近、高度与试样相当。试样的热处理应在保护气氛中进行,以防止表面氧化。

7.3.2 几何特性

用于测量几何特性的试样通常为长度 200 mm 的连续带材。

7.3.3 技术特性

7.3.3.1 叠片系数

用于测量叠片系数的试样通常为长度 10 m 的连续带材。

7.3.3.2 韧性

用于测量韧性的试样通常为长度 2 000 mm 的连续带材。韧性的测试方法如下：将试样沿带材铸造方向每隔 100 mm 以自由面向内的方式对折，使对折线垂直于带材铸造方向，共计 19 点。用一对宽度大于试样宽度的金属平板将对折线压紧，直至金属平板之间的间隙等于试样最大厚度的 2 倍；然后松开金属平板，取出试样，观察对折线上是否有目视可见的开裂。记录 19 个对折线中出现开裂的对折线的个数。

7.4 测量方法

7.4.1 物理性能

7.4.1.1 环形试样测量直流磁性能的测量方法按 GB/T 13012 的规定进行。

7.4.1.2 环形试样测量交流磁性能的测量方法按 GB/T 19346.1 的规定进行。

7.4.2 几何特性

7.4.2.1 厚度的测量应采用最小分度值不大于 0.001 mm 的量具进行。沿垂直于带材铸造方向测量厚度分布时，应等间距测量，测量点不少于 3 个。

7.4.2.2 带材的宽度沿垂直于带材铸造方向、使用最小分度值不大于 0.02 mm 的量具测量。

7.4.3 技术特性

7.4.3.1 叠片系数的测量方法按 GB/T 19346.2 的规定进行。

7.4.3.2 韧性的测试方法如下：

将试样沿带材铸造方向每隔 100 mm 以自由面向内的方式对折，使对折线垂直于带材铸造方向，共计 19 点。用一对宽度大于试样宽度的金属平板将对折线压紧，直至金属平板之间的间隙等于试样最大厚度的 2 倍；然后松开金属平板，取出试样，观察对折线上是否有目视可见的开裂。记录 19 个对折线中出现开裂的对折线的个数。

7.5 复检与判定规则

若某一检验项目不合格时，允许取双倍数量的试样进行复检。复检结果如有一项不合格，则该批带材判为不合格。对磁性能复检不合格的带材，允许调整热处理制度重新检验与判定。

8 包装、标志和质量证明书

8.1 包装

带卷应采用防潮包装，保证带材在未开箱条件下 6 个月内不发生因锈蚀导致的质量退化。带卷应装入包装箱中且保证不能窜动。包装箱应便于机械搬运，应保证卷在储存和运输过程中不损坏。

8.2 贮存

包装后的带材应贮存在干燥通风环境中，避免在潮湿或有腐蚀性气体的环境中存放。带卷的卷轴应垂直于水平面放置。

8.3 标志

带卷的卷轴和包装箱上均应标有牢固的、满足可追溯性要求的标识。

8.4 质量证明书

每批交货的带材应附有证明该批带材符合本部分规定及订货合同的质量证明书。质量证明书应包含以下内容：

- a) 供方名称；
- b) 需方名称；
- c) 合同号；
- d) 产品名称与牌号；
- e) 本部分编号；
- f) 尺寸；
- g) 重量；
- h) 生产批号；
- i) 推荐的热处理制度；
- j) 本部分技术要求中所规定的各项指标；
- k) 供方需提供的信息(如密度、晶化温度等)；
- l) 需方要求提供的其他信息；
- m) 供方有关部门的印记；
- n) 发货日期或生产日期。

9 订货内容

按本部分订货的合同或订单应包括以下内容：

- a) 标准编号；
- b) 牌号；
- c) 尺寸；
- d) 重量；
- e) 性能要求；
- f) 由供需双方协商并在合同中注明的项目或指标。

附 录 A
(资料性附录)

铁基纳米晶软磁合金带材的部分基本物理参数

铁基纳米晶软磁合金带材的部分基本物理参数见表 A.1。

表 A.1 铁基纳米晶软磁合金带材的部分基本物理参数典型值

材料牌号	类型	居里温度 T_c	晶化温度 T_x	密度 ρ_m g/cm ³	电阻率 ρ $\mu\Omega \cdot \text{cm}$	饱和磁通密度 B_s T	饱和磁致 伸缩系数 λ_s
		℃					
1K107	H	570	520	7.20	110	1.25	$<2 \times 10^{-6}$
	L	570	515	7.25	110	1.25	$<2 \times 10^{-6}$
注：本表所提供的数据是基于对部分现有产品的测试结果基础上的，它们会随材料化学成分的差异而有所不同。因此，数据仅用于参考。如果需要使用这些数据对产品判定、产品设计或生产工艺调整，应使用供方提供的实际测试值。							

公众号：仪器与检测云助理
更多资料和产品-18602072636

公众号：仪器与检测云助理
更多资料和产品-18602072636

公众号：仪器与检测云助通
更多资料和产品-18602072636

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

非晶纳米晶合金 第2部分：
铁基纳米晶软磁合金带材

GB/T 19345.2—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室：(010)68533533 发行中心：(010)51780238

读者服务部：(010)68523946

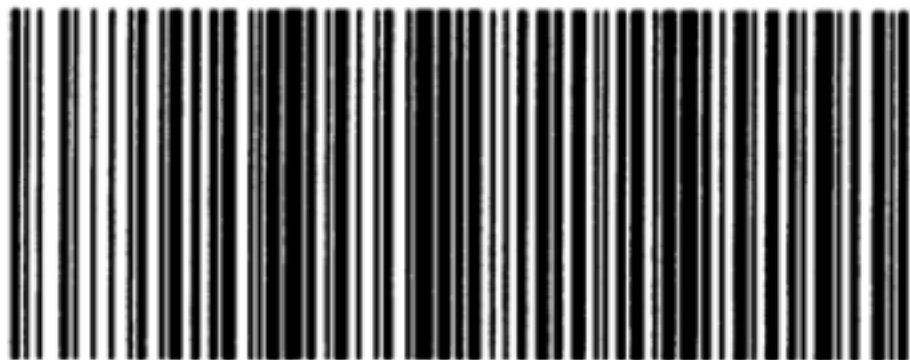
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷

*

书号：155066·1-57368 定价 18.00 元



GB/T 19345.2—2017