



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103822841 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 28

(21) 申请号 201310731778. 5

(22) 申请日 2013. 12. 27

(71) 申请人 四川德胜集团钒钛有限公司

地址 614900 四川省乐山市沙湾区王田路

(72) 发明人 徐波 曹静华 刘涛 杨碧英

郭享平 张献义

(74) 专利代理机构 成都九鼎天元知识产权代理

有限公司 51214

代理人 钱成岑 韩雪

(51) Int. Cl.

G01N 5/00 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法

(57) 摘要

本发明属于碳化硅检测领域,尤其涉及一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法。通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,同时引入高频红外碳硫仪来方便对碳的检测,具有工作简单、效率高的效果。本发明中的检测方法适用于 SiC 含量在 30%~50% 之间,且游离碳在 15% 以上的碳化硅物质;尤其适应于干扰多的碳化硅物料,干扰主要指酸不溶物(并且高温下不分解)的干扰,如 α 型氧化铝等。本发明中的检测方法重现率高,稳定、准确,符合分析要求,成本低。

1. 一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法,其特征在于:包括以下步骤:

步骤一、称量溶解试样:

称取试样,放入烧杯中,再加入盐酸溶液,电热板上煮沸 1-2 分钟,过滤后再用质量浓度的 90-100% 稀盐酸洗涤烧杯和过滤物 5-6 次,将洗涤液过滤;

步骤二、试样灰化:

将过滤后的滤纸和沉淀物转入碳硫坩埚中,在电炉上进行灰化;

步骤三、试样灼烧:

灰化后的试样在马弗炉中灼烧 2.1-4h,温度 810-820℃,灼烧除去试样中所含的游离碳;取出稍冷,放入干燥器中,冷却至室温;

步骤四、测定碳化硅中所含的结合碳的含量:

在灼烧后的试样中加入锡粒 0.4g,使锡粒坠入试样底部,再加 0.5g,纯铁助溶剂覆盖在试样上,再加 1.5g 钨粒覆盖在纯铁助溶剂上;在高频红外碳硫仪中输入步骤一中称取的试样质量,将加好助溶剂的试样放入高频红外碳硫仪,分析灼烧剩余物的碳含量,即为碳化硅中所含的结合碳的含量;

步骤五、计算出碳化硅的含量:

计算公式为: $w_{SiC} = w_C \div 29.95\%$, 其中, w_{SiC} 为碳化硅的百分含量, w_C 为碳化硅中结合碳的百分含量; 29.95% :SiC 中 C 的百分比;

通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏,碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。

2. 根据权利要求 1 中所述的一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法,其特征在于:所述步骤三中灼烧温度为 810℃,时间为 2.4h。

3. 根据权利要求 1 中所述的一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法,其特征在于:所述盐酸质量浓度为 1:1,即取浓盐酸和水按质量体积比 1:1 混合。

一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法

技术领域

[0001] 本发明属于碳化硅检测领域,尤其涉及一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法。

[0002]

背景技术

[0003] 碳化硅在性能上的特点是熔点高、耐高温、有较高的强度和硬功夫耐磨性好,化学性质稳定,耐腐蚀,与各种酸都不起反应。因此,可用于制造磨料、磨具、硅碳棒、各种特种耐火材料的填加料等。碳化硅作为炼钢脱氧剂,在结算时 SiC 的含量是结算的重要依据。

[0004] 而碳化硅含量往往作为衡量该产品的一项重要质量指标,也有相应的碳化硅含量的检测方法,比如采用试样用氢氟酸—硝酸—硫酸处理单质硅和二氧化硅,过滤后的残余物即为碳化硅,或通过分析总碳和游离碳来得出碳化硅中所含的结合碳,以此来分析碳化硅的含量等。

[0005] 但目前冶金行业中所使用的碳化硅物料中的碳化硅含量不是很高,其中可能参杂 α 型氧化铝。如果用传统测定方法即采用试样用氢氟酸—硝酸—硫酸处理单质硅和二氧化硅,过滤后的残余物即为碳化硅的方法来检测碳化硅的含量,则该方法对 α 型氧化铝未作考虑,如果含有 α 型氧化铝则会造成碳化硅含量结果偏高,使判断失去准确性。

[0006]

发明内容

[0007] 为了解决以上技术问题,本发明提供一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法,此检测方法简单、效率高、准确性高。

[0008] 解决以上技术问题的本发明中的一种检测碳化硅中碳化硅含量的方法,其特征在于:包括以下步骤:

步骤一、称量溶解试样:

称取试样,放入烧杯中,再加入盐酸溶液,电热板上煮沸 1-2 分钟,过滤后再用质量浓度的 90-100% 稀盐酸洗涤烧杯和过滤物 5-6 次,也将洗涤液过滤;去除试样中可能含有的碳酸盐;

步骤二、试样灰化:

将过滤后的滤纸和沉淀物转入碳硫坩埚中,在电炉上进行灰化;去除滤纸,过程中不出现明火。

[0009] 步骤三、试样灼烧:

灰化后的试样在马弗炉中灼烧 2.1-4h,温度 810-820 $^{\circ}$ C,灼烧除去试样中所含的游离碳;取出稍冷,放入干燥器中,冷却至室温。

[0010] 步骤四、测定碳化硅中所含的结合碳的含量:

在灼烧后的试样中加入半勺锡粒(0.4g)轻轻抖动使锡粒坠入试样底部,再加 1 勺(约 0.5g)纯铁助溶剂覆盖在试样上,再加 1 勺(约 1.5g)钨粒覆盖在纯铁助溶剂上;在高频红

外碳硫仪中输入步骤一中称取的试样质量,将加好助溶剂的试样放入高频红外碳硫仪,分析灼烧剩余物的碳含量,即为碳化硅中所含的结合碳的含量;

步骤五、计算出碳化硅的含量:

计算公式为: $w_{\text{SiC}} = w_{\text{C}} + 29.95\%$, 其中, w_{SiC} 为碳化硅的百分含量, w_{C} 为碳化硅中结合碳的百分含量; 29.95% :SiC 中 C 的百分比;

通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏,碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。

[0011] 所述步骤三中灼烧温度为 810°C,时间为 2.4h。

[0012] 所述盐酸溶液质量浓度为 1:1,即取浓盐酸和水按质量体积比 1:1 混合。

[0013] 本发明中是通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏。碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。同时引入高频红外碳硫仪来方便对碳的检测,在保证分析准确的情况下具有工作简单、效率高的效果。

[0014] 本发明中的检测方法适用于 SiC 含量在 30%-50% 之间,且游离碳在 15% 以上的碳化硅物质。尤其适应于干扰多的碳化硅物料,干扰主要指酸不溶物(并且高温下不分解)的干扰,如 α 型氧化铝等。

[0015] 本发明中的检测方法重现率高,稳定、准确,符合分析要求,而且方法简单,成本低。

[0016]

具体实施方式

[0017] 本发明中使用仪器、设备如下:

电子天平,精度 0.1mg;烧杯;碳硫坩埚,漏斗、定量滤纸,马弗炉,高频红外碳硫仪。

[0018] 本发明中所用计量公式: $w_{\text{SiC}} = w_{\text{C}} + 29.95\%$, 其中, w_{SiC} 为碳化硅的百分含量, w_{C} 为碳化硅中结合碳的百分含量。29.95% :SiC 中 C 的百分比。

[0019] 实施例 1:试样 A 在 810°C 灼烧 2.4 小时其碳化硅的含量

试样 SiC 含量在 30%-50% 之间,含杂质比较多,游离碳在 15% 以上。

[0020] 步骤一、称量溶解试样:

称取试样 0.1000g,放入 50mL 烧杯中,加入 5mL 1:1 盐酸,电热板上煮沸 1-2 分钟,去除试样中可能含有的碳酸盐,过滤;再用质量浓度的 90-100% 稀盐酸洗涤烧杯 5 次,将洗涤液过滤。

[0021] 步骤二、试样灰化:

将过滤后的滤纸和沉淀物转入碳硫坩埚中,在电炉上进行灰化;去除滤纸。

[0022] 步骤三、试样灼烧:

灰化后的试样在马弗炉中灼烧 1h,温度 810°C,灼烧除去试样中所含的游离碳;取出稍冷,放入干燥器中,冷却至室温。

[0023] 步骤四、测定碳化硅中所含的结合碳的含量:

在灼烧后的试样中加入半勺锡粒(0.4g)轻轻抖动使锡粒坠入试样底部,再加1勺(约0.5g)纯铁助溶剂覆盖在试样上,再加1勺(约1.5g)钨粒覆盖在纯铁助溶剂上。在高频红外碳硫仪中输入称取的试样质量(0.1000g),将加好助溶剂的试样放入高频红外碳硫仪,分析灼烧剩余物的碳含量,即为碳化硅中所含的结合碳的含量;即 $w_C = 12.6\%$;

步骤五、计算出碳化硅的含量 w_{SiC} : $12.6/29.95*100\%=42.07\%$

通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏,碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。

[0024] 按照以上步骤重复测定5次,结果如下表1:

表1

检测名称	1	2	3	4	5	极差	标准偏差
碳化硅中结合碳含量, %	12.60	12.57	12.57	12.54	12.53	0.07	0.22
碳化硅含量, %	42.07	41.97	41.97	41.87	41.84	0.23	0.22

从以表1中可以看出,用本发明中的检测方法稳定性、重现率和准确性高。

[0025] 实施例2:试样B在820℃灼烧2小时其碳化硅的含量

试样SiC含量在30%-50%之间,含杂质比较多,游离碳在15%以上。

[0026] 步骤一、称量溶解试样:

称取0.1g试样在烧杯中用质量浓度为1:1盐酸4.5mL溶解,低温煮沸2分钟,过滤;

步骤二、试样灰化:

将过滤后的将滤纸和沉淀物转入碳硫坩埚中,灰化;

步骤三、试样灼烧:

灰化后的试样在试样在820℃马弗炉灼烧1小时;

步骤四、测定碳化硅中所含的结合碳的含量:

在灼烧后的试样中加入半勺锡粒(0.4g)轻轻抖动使锡粒坠入试样底部,再加1勺(约0.5g)纯铁助溶剂覆盖在试样上,再加1勺(约1.5g)钨粒覆盖在纯铁助溶剂上。在高频红外碳硫仪中输入称取的试样质量(0.1000g),将加好助溶剂的试样放入高频红外碳硫仪,分析灼烧剩余物的碳含量,即为碳化硅中所含的结合碳的含量;即 $w_C = 12.54\%$;

步骤五、计算出碳化硅的含量 w_{SiC} : $12.54/29.95*100\%=41.87\%$

通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏,碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。

[0027] 按照以上步骤重复测定4次,结果如下表1:

表2

检测名称	1	2	3	4	5	极差	标准偏差
碳化硅中结合碳含量, %	12.54	12.60	12.67	12.66	12.58	0.13	0.43
碳化硅含量	41.87	42.07	42.30	42.27	42.00	0.43	0.43

从以表2中可以看出,用本发明中的检测方法稳定性、重现率和准确性高。

[0028] 实施例3:试样C在815℃灼烧4小时其碳化硅的含量

试样SiC含量在30%-50%之间,含杂质比较多,游离碳在15%以上。

[0029] 步骤一、称量溶解试样:

称取 0.1g 试样用质量浓度为 1:1 盐酸 5.5mL 溶解,低温煮沸 1.5 分钟,过滤;

步骤二、试样灰化:

将过滤后的将滤纸和沉淀物转入碳硫坩埚中,灰化;

步骤三、试样灼烧:

灰化后的试样在试样在 815℃ 马弗炉灼烧 2.5 小时;

步骤四、测定碳化硅中所含的结合碳的含量:

在灼烧后的试样中加入半勺锡粒(0.4g)轻轻抖动使锡粒坠入试样底部,再加 1 勺(约 0.5g)纯铁助溶剂覆盖在试样上,再加 1 勺(约 1.5g)钨粒覆盖在纯铁助溶剂上。在高频红外碳硫仪中输入称取的试样质量(0.1000g),将加好助溶剂的试样放入高频红外碳硫仪,分析灼烧剩余物的碳含量,即为碳化硅中所含的结合碳的含量;即 $w_C = 12.80\%$;

步骤五、计算出碳化硅的含量 w_{SiC} : $12.80/29.95 \times 100\% = 42.74\%$

通过分析碳化硅中所含的结合碳来计算出碳化硅的含量,以此判断碳化硅产品的质量好坏,碳化硅含量高则产品质量好,碳化硅含量低则产品质量低。

[0030] 按照以上步骤重复测定 4 次,结果如下表 1:

表 3

检测名称	1	2	3	4	5	极差	标准偏差
碳化硅中结合碳含量, %	12.80	12.71	12.78	12.75	12.81	0.10	0.32
碳化硅含量, %	42.74	42.44	42.67	42.57	42.77	0.33	0.32

从以表 3 中可以看出,用本发明中的检测方法稳定性、重现率和准确性高。

[0031] 该方法主要针对干扰多的碳化硅物料,相对于用总碳和游离碳差减法来得到碳化硅中的结合碳来说操作简便准确。尤其是在当碳化硅物料中还有大量游离碳(> 20%)时,要在 5 分钟内灼烧完游离碳是很难达到的,且二氧化碳吸收装置难以在短时间内也无法吸收二氧化碳完全。

[0032] 实施例 4:对比实验

将实施例 1 中的试样 A 用氢氟酸—硝酸—硫酸处理单质硅和二氧化硅(GB/T3045-2003 中的方法),具体操作如下:

称取 1g 试样 A,放入铂皿(45g)中,加入 2mL 浓硝酸,3-5 滴(1:1)硫酸,15mL 氢氟酸,置于沙浴上蒸发至三氧化硫白烟冒尽。取下铂皿稍冷,再加入 15mL (1:1)盐酸,在沙浴上加热 10-15min,使表面杂质溶解,稍冷,用中速定量滤纸过滤;然后用温热(5+95)稀盐酸洗涤铂皿,及残留物 7-8 次。

[0033] 将残留物及滤纸放入铂皿中,低温灰化后于 $750^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 灼烧,冷却,称量,反复灼烧至恒重(45.451g),灼烧剩余物即为 SiC。

[0034] $w_{SiC} = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100\%$, w_{SiC} : 试样中 SiC 百分含量

m_1 : 称取的试样的质量

m_2 : 铂皿的质量

m_3 : 灼烧后的残余物和铂皿的质量。

[0035] 计算： $(45-45.4511)*100\%=45.11\%$ 大于 42.07%

本实验中 1、用到氢氟酸存在一定的安全隐患。2、碳化硅含量偏高，判断碳化硅质量不准确。

[0036] 本发明中的检测方法适用于 SiC 含量在 30%-50% 之间，且游离碳在 15% 以上的碳化硅物质。尤其适应于干扰多的碳化硅物料，干扰主要指酸不溶物（并且高温下不分解）的干扰，如 α 型氧化铝等。

[0037] 本发明中的检测方法重现率高，稳定，准确，符合分析要求，方法简单，成本低。