

## 高频红外碳硫法测定碳化硅中SiC

魏纯玉, 宋新艳

(济南钢铁集团总公司 进厂物资检查站, 山东 济南 250101)

摘要: 采用对试样进行灼烧预处理的方法, 除去游离碳, 用高频红外碳硫仪测定碳化硅中的SiC。探讨了锡粒、纯铁、钨粒作为助熔剂的用量, 并以纯碳化硅和粘合剂合成的标准样品校正仪器, 本方法的相对标准偏差(RSD)为0.73%(n=7)。

关键词: 高频红外碳硫吸收法; 碳化硅; 预处理; 合成标准样品

中图分类号: 0657.33 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2003)02-0059-02

Determining the SiC Contents in Carborundum by the Method of High-frequency  
Infrared Carbon-sulphur

WEI Chun-yu, SONG Xin-yan

(Laboratory of Checkpoint of Material Purchased of Jinan Iron  
and Steel Group, Jinan 250101, China)

Abstract: The SiC contents in carborundum are determined by the analyzer of high-frequency infrared carbide sulphur after removing free carbon by burning. The dosage of stannum grain, pure iron and tungsten grain as smelting flux are discussed, and the analyzer is revised by the standard reference material composed by pure carborundum and bond. The relative standard deviation is 0.73%(n=7).

Key words: absorbing method of high-frequency infrared carbon-sulphur;  
carborundum; pretreatment; composing standard reference material

碳化硅系由SiC含量大于95%的碳化硅磨料及一定颗粒组成的碳化硅为原料, 用粘土、高铝质材料等作结合剂制成的碳化硅制品, 其中SiC含量约为60%~70%, 主要用来作炼钢脱氧剂。目前碳化硅的分析多采用高含量碳化硅的分析方法, 由于试样中可能存在未知杂质或酸不溶物等因素, 往往导致SiC的测定结果偏高。本方法参照国家标准GB/3045-1989及GB/T16555.1-1996, 用纯碳化硅和粘合剂合成的标准样品校正仪器, 通过利用高频红外碳硫分析仪测定碳化硅制品中除去游离碳后的含碳量, 从而换算出SiC的含量。在大量的条件实验基础上, 探讨了灼烧温度、灼烧时间及助熔剂配比等分析条件对分析结果的影响, 确定了最佳分析方法。经精密度实验验证, 取得了满意的分析结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

LECO CS-200高频红外碳硫分析仪

专用坩埚(在1200℃的高温炉中灼烧4h或通氧灼烧至空白值为最低)

钨粒、锡粒助熔剂, 屑状纯铁

## 1.2 实验方法

1.2.1 试样预处理 准确称取 0.0200g试样于专用坩埚中, 摇匀, 使试样平铺于坩埚底部, 置于800℃高温炉中灼烧30min, 取出稍冷, 置于干燥器中冷至室温。

1.2.2 仪器校准 取基本不含烧减的粘土( $\text{SiO}_2$ 约为50%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 约为40%), 在950℃灼烧1h后, 与纯碳化硅粉混匀, 合成含SiC70%的标准样品。按试样分析方法操作, 校正选定的分析通道。

1.2.3 样品分析 在已灼烧处理过的试样中加入0.40g锡粒、0.500g铁屑, 摇匀后添加一勺钨粒(约1.50g), 轻晃, 在已校准的通道上分析碳的含量, 计算其平均值, 按SiC含量为C含量的3.3383倍计算出SiC的含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 灼烧器皿选择

碳化硅中常含有游离碳、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、FeO及游离硅等杂质。灼烧时, 既有游离碳及挥发成分的烧失现象, 也有游离硅、氧化亚铁的烧增影响。若采用铂坩埚或瓷舟作为灼烧器皿, 势必为恒重灼烧器皿, 而称取较多试样, 延长灼烧时间, 且将试样转入瓷坩埚(碳硫分析专用)时, 还须折算因灼烧引起的质量变化。为避免上述繁杂手续, 本方法选用碳硫专用坩埚为灼烧器皿, 以试样灼烧前的称样量为分析重量, 直接得到试样中SiC中碳的含量。为了将称样误差减少到最低, 同时减少称样时间, 采用将坩埚直接置于电子天平托盘上, 去皮后将试样直接称入坩埚内的方法进行样品的称量操作, 同时记下样品的准确质量, 分析时, 将此样品质量对应输入仪器即可。

### 2.2 称样量

称样量过少, 称量误差增大; 称样量过多, 可能引起测量池中样品的溢出, 且燃烧反应过激而喷溅严重, 不利于碳的稳定释放。试验了0.0200、0.0500、0.1000g的称样量, 试验表明, 随着称样量的增加, 结果的精密度也有所增加, 但熔剂的量也要相应增加, 否则试样熔解不完全, 分析过程同时出现拖尾现象。本法选定称样量为0.0200g较适宜。

### 2.3 灼烧条件

如何把碳化硅和游离碳分开是本法的关键。试样在一定温度下加热, 碳化硅几乎不分解, 而游离碳则燃烧生成二氧化碳散失, 同时碳化硅虽具有较好的热稳定性, 但超过一定的温度也会部分分解。因此, 本法通过不同的温度和时间灼烧条件实验比对, 确定了适合的灼烧条件。

2.3.1 灼烧温度 准确称取一系列试样, 分别在700、750、800、850、900℃的高温炉中连续灼烧30min, 冷却后测定碳含量。结果表明, 碳的结果基本稳定, 极差为0.10%, 换算成SiC为0.34%, 结果满足分析要求。

2.3.2 灼烧时间 准确称取一系列试样, 在750、800、850℃条件下分别灼烧不同时间, 试验表明灼烧时间在15~120min之间, 碳的分析结果基本稳定, 极差为0.07%, 换算成SiC为0.24%。在900℃下, 碳的测定值随灼烧时间的延长(1h以后)而递减, 说明温度过高将导致SiC部分氧化。

结果表明, 在800℃灼烧20min即可将游离碳除去。本法控制选用的在线灼烧方法为800℃下灼烧30min。

### 2.4 助熔剂的选择

助熔剂必须提供足以使SiC完全燃烧所需的热能。选择铁屑、锡粒、钨粒的二元或三元混合物进行了实验。熔剂只加纯铁和钨粒时, 试样熔解不充分, 加入一定量的锡粒后, 出峰较快, 熔样平滑, 分析结果也较稳定。但加入锡粒过多(0.5g以上)会造成粉尘较大, 影响分析结果的稳定性。

试验表明, 取0.40g锡粒置于碳硫专用坩埚的底部, 另加0.500g铁屑及1勺钨粒(约1.50g)覆盖其上即可。

### 2.5 样品分析

2.5.1 合成标准样品分析 合成标准样品全部通过0.088mm筛, 以分别采样、平行测定的方法检验其均匀性良好, 并以国标法测定了合成标准样品中SiC的含量, 结果见表1。

表1 标准样品化学法测定的SiC含量%

样品编号	样品分析数据					平均值
1#	65.12	64.92	64.59	64.76	64.76	64.83
2#	62.15	62.55	62.55	62.19	62.49	62.32
3#	63.02	63.32	63.09	63.42	63.46	63.26

2.5.2 高频红外碳硫法与国标分析方法结果比较 称取试样同实验方法分析，测定SiC的结果与化学分析法测定值对比见表2。

表2 高频红外碳硫法与化学法分析结果比较%

样品编号	化学法	高频红外碳硫法
1#	64.83	65.06
2#	62.32	62.23
3#	63.26	63.58

## 2.6 精密度试验

对表1中1#样品用高频红外碳硫法测定7次，测得SD为0.14%，RSD为0.73%。实验表明，高频红外碳硫法的准确度和精密度都达到了化学分析的要求，可以避免化学分析中可能产生的杂质干扰。

## 3 结 语

高频红外碳硫法较传统的化学分析方法具有快速准确的特点，实现了碳化硅分析的仪器化，提高了在线分析效率。高频红外碳硫法所用高频红外碳硫仪的使用与维护较为简便，分析成本合理，是传统碳化硅测定方法的有效替代方法。

[返回上页](#)