

YB

中华人民共和国黑色金属行业标准

YB/T 174.2—2000

氮化硅结合碳化硅制品化学分析方法 高压溶样法测定碳化硅量

Chemical analysis for silicon nitride bonded
silicon carbide product—

Determination of silicon carbide content—High pressure
dissolve specimen method

2000-07-26 发布

2000-12-01 实施

国家冶金工业局 发布

前 言

本标准采用了与传统碳化硅制品测定碳化硅含量的方法截然不同的测试方法,高压溶样法避免了总碳的测定及游离碳的测定,而且还可同时测定氮化硅的含量。

由于铝对碳化硅的测定结果影响很大,所以根据氮化硅结合碳化硅中铝含量的高低,采用两种试验条件对碳化硅进行测定。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:洛阳耐火材料研究院。

本标准起草人:吴嘉旋、周明秀。

中华人民共和国黑色金属行业标准

氮化硅结合碳化硅制品化学分析方法 高压溶样法测定碳化硅量

YB/T 174.2—2000

Chemical analysis for silicon nitride bonded
silicon carbide product—
Determination of silicon carbide content—High pressure
dissolve specimen method

1 范围

本标准规定了高压溶样法测定碳化硅量的方法提要、试剂、仪器设备、试样、分析步骤、分析结果的表述及允许差。

本标准适用于氮化硅结合碳化硅制品中碳化硅量的测定。

测定范围:碳化硅 60.00%~80.00%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 5069.6—1985 镁质耐火材料化学分析方法 EDTA容量法测定氧化铝量

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 10325—1988 耐火制品堆放、取样、验收、保管和运输规则

GB/T 16555.6—1996 碳化硅耐火材料化学分析方法 测定二氧化硅量

GB/T 17617—1998 耐火原料和不定形耐火材料 取样

YB/T 174.1—2000 氮化硅结合碳化硅制品化学分析方法 高压溶样法测定氮化硅量

3 方法提要

试样经高压溶样分解,氮化硅以铵盐的形式转入溶液中,碳化硅不溶解,用硝酸、硫酸、氢氟酸处理试样,使游离硅与硅酸从试样中挥发除去。用重量差减法求得碳化硅量。

4 试剂

4.1 硼酸(AR)。

4.2 混合熔剂:1.5份无水碳酸钠、1.5份无水碳酸钾与0.7份硼酸混匀研细,贮于磨口瓶中。

4.3 盐酸($\rho=1.19\text{ g/cm}^3$)。

4.4 硝酸($\rho=1.42\text{ g/cm}^3$)。

4.5 氢氟酸($\rho=1.13\text{ g/cm}^3$)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 盐酸(5+95)。

5 仪器设备

5.1 天平(精度 0.000 1 g)。

5.2 高压溶样器:如图 1 所示,由不锈钢杯、聚四氟乙烯外杯、聚四氟乙烯内杯三部分组成。最大承受压力 15 MPa。使用时,应有人监控,防止烘箱温度失控。

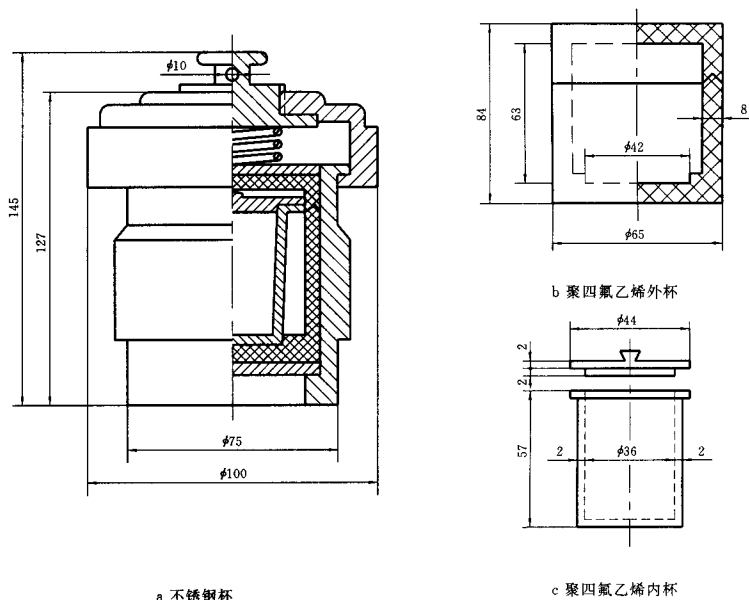


图 1 高压溶样器部件示意图

5.3 烘箱(加热功率 3 kW,最高工作温度 300℃)。

5.4 聚四氟乙烯烧杯(300 mL)。

6 试样

取样和制样分别按 YB/T 174. 1—2000 中 7.1 和 7.2 执行。

7 分析步骤

7.1 试料

用二份试料进行测定,每份称取 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.3 校正试验

随同试样分析同类标准样品。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于高压溶样器(5.2)内,加盐酸 5 mL(4.3),加氢氟酸 5 mL(4.5),在 $160\text{C}\pm 1\text{C}$ 烘箱中分解试样 12 h。温热时取出,冷却。用热水洗涤高压溶样器内的聚四氟乙烯杯,用一小片滤纸擦洗杯的内壁,使溶液和沉淀全部转移至盛有 1 g 硼酸(4.1)的 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,搅拌,用慢速定量滤纸(必要时加纸浆)过滤。滤液承接于 500 mL 烧瓶中。用热盐酸(4.7)洗涤烧杯及搅拌 3~4 次,用一小片滤纸擦洗烧杯 2 次,使沉淀全部转移至漏斗中。用热盐酸(4.7)洗涤沉淀 4 次,再用热水洗涤沉淀 3~4 次,控制滤液体积约 200 mL,滤液供测 Si_3N_4 用;沉淀供测 SiC 用。

7.4.2 将所得沉淀连同滤纸包好,置于已恒重的坩锅中,小心烘干、灰化,置于高温炉中,逐渐升温至 750C ,灼烧成粉状,取出冷却。用水润湿,加 4 滴硝酸(4.4),4 滴硫酸(4.6),加约 10 mL 氢氟酸(4.5),于电炉上低温蒸发至干,升温至冒尽白烟,然后置于高温炉中于 $750\text{C}\pm 10\text{C}$ 灼烧 40 min,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧至恒重。

7.4.3 若试样中三氧化二铝含量高时($\text{Al}_2\text{O}_3 > 0.50\%$),向 7.4.2 测定后的装有碳化硅的坩锅中加入 2 g~3 g 混合熔剂,搅匀,另取 1 g 混合熔剂覆盖其上,加盖稍留缝隙,然后置于高温炉内,从低温缓慢升温至 1100C ,保持 30~40 min,待试样完全分解,取出坩锅,冷却。按 GB/T 16555.6 分离总硅,滤液承接于 300 mL 烧杯中,将合并的滤液浓缩至 150 mL,按 GB/T 5069.6 EDTA 容量法全量测定 Al_2O_3 量。从对应的 SiC 量中扣除 Al_2O_3 量,即得 SiC 含量。

8 分析结果和表述

8.1 分析值的计算

8.1.1 按式(1)计算碳化硅的质量百分含量:

$$W(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: W ——碳化硅的质量百分含量, %;

m_1 ——空坩锅的质量, g;

m_2 ——坩锅与沉淀的质量, g;

m ——试料的质量, g。

所得结果按 GB/T 8170—1987 的进舍规则修约至两位小数。

8.1.2 若三氧化二铝含量($\text{Al}_2\text{O}_3\%$)高时,按式(2)计算碳化硅的质量百分含量:

$$W(\%) = \left(\frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \right) - \text{Al}_2\text{O}_3\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: W ——碳化硅的质量百分含量, %;

m_1 ——空坩锅的质量, g;

m_2 ——坩锅与沉淀的质量, g;

m ——试料的质量, g。

所得结果按 GB/T 8170—1987 的进舍规则修约至两位小数。

8.2 分析值的验收

检查校正试验中标样的分析值与其标准值是否一致。只有当标样的分析值与其标准值一致时,试样中该成分的分析值才有效,方能按 8.3 进行该成分最终结果的计算,否则应重新进行该成分的测定。

8.3 最终结果的计算

当所得的两个有效分析值之差的绝对值不大于其对应的允许差(见表 1)时,计算其算术平均值,按 GB/T 8170—1987 的进舍规则修约至两位小数作为该成分的最终结果,否则按附录 A(标准的附录)进行追加分析和数据处理,以所得平均值按 GB/T 8170—1987 的进舍规则修约至两位小数作为该成分的最终结果。

9 允许差

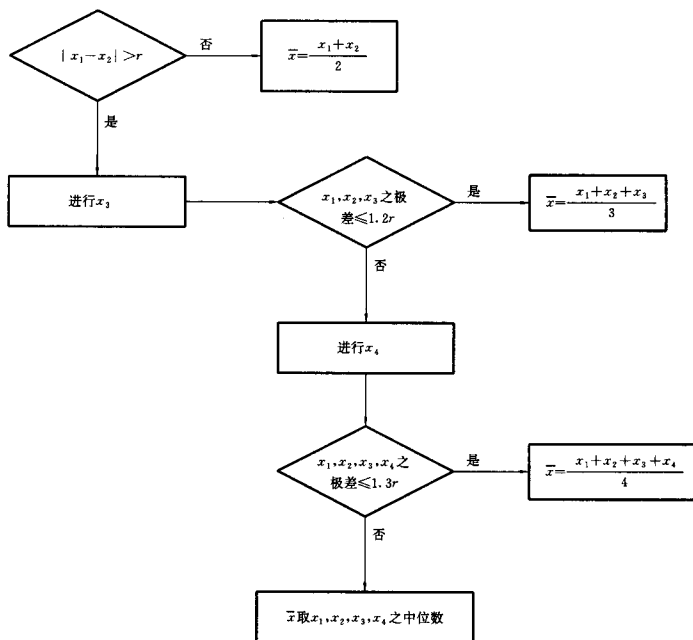
在重复条件下所得两个单次分析值的允许差见表1。

表1 允许差

%

含量范围	标样允许差	试样允许差
60.00~80.00	0.80	1.10

附录 A
(标准的附录)
追加分析和数据处理程序



上述: x_i ——单次分析值;

r ——允许差。