

文章编号: 1000-7571(2001)03-0071-02



化
验
园
地

碳硫分析专用填料——硅钼粉的制备

方少垣

(钢铁研究总院, 北京 100081)

中图分类号: O613.7

文献标识码: C

碳硫分析专用的硅钼粉填料(亦称硅钼粉助熔剂)有四种配方:

1) 20% MoSi_2 粉(≤ 35 目), 加入到 80% MoO_3 粉中的混合粉;

2) 15% MoSi_2 粉(≤ 35 目), 加入 5% 纯铁粉(纯铁助熔剂)(≤ 40 目), 再加入 80% MoO_3 粉中的混合粉;

3) 20% 硅单晶粉(≤ 35 目), 加入到 80% MoO_3 粉中的混合粉;

4) 15% 硅单晶粉(≤ 35 目), 加入 5% 纯铁粉(纯铁助熔剂)(≤ 40 目), 再加入 80% MoO_3 粉中的混合粉;

上列四种配比的产品, 经多家用户试用, 其效果基本相同, 并得到用户的认可。

1 二硅化钼的简易制备

二硅化钼, 化学通式 MoSi_2 , 分子量 152.11, 灰色金属光泽结晶体, 熔点 $1870 \sim 2030^\circ\text{C}$ 。不溶于大多数无机酸(包括王水), 易溶于硝酸和氢氟酸的混合酸。在 1650°C 以下对空气稳定, 高温抗氧化性强, 因此常用于制作电阻炉的发热体元件, 以及耐腐蚀的保护层。并具有较高的抗压强度。二硅化钼用于分析各种材料的碳硫含量时, 作为坩埚底部填料。电弧炉加热型碳硫分析仪大多采用铜坩埚装试样, 在坩埚底部与试样之间需加入一定量的硅钼粉填料, 以便分析完毕后, 试样与坩埚分离, 坩埚可以反复使用。因此对硅钼粉的要求, 必需具备较高的化学稳定性, 高导电性, 较低的碳硫空白值, 一般要求碳 $\leq 0.001\%$; 硫 $\leq 0.0005\%$ 。硅粉、硅钼粉、铁(助熔剂)粉及氧化钼粉, 都可以满足上列技术要求。

生产二硅化钼的反应式为: $\text{Mo} + 2\text{Si} = \text{MoSi}_2$

+ Q, 按此式来进行配料。

按比例把钼粉和硅粉, 机械混合数小时, 然后将物料装入钼坩埚或者钨坩埚内, 再经手工轻微压实, 并装入一根较短的电阻丝。

准备完毕后, 将装有物料的坩埚装入炉内, 联结电阻丝与电源, 在电源与电阻丝之间联接一个 2kVA 的调压器。炉子用惰性气体或者抽真空进行保护, 以防氧化。其后, 调节调压器, 控制电阻丝的红热程度, 以引燃硅钼粉混合料进行自燃。

在真空或惰性气体的保护下, 无需外界加热, 引燃后反应迅速, 激烈, 为放热反应, 在较短的时间内即可生成二硅化钼产物。反应完毕后, 冷却, 破坏真空, 启开炉盖, 取出物料。

生成物 MoSi_2 为灰色, 微带金属光泽, 结晶体。再经粉碎、研磨、过筛、检验, 得到所需配料的原料。

2 问题讨论

1) 目前, 原料高纯硅是采用单晶硅的边角料, 价格低廉, 质量可靠, 纯度 $\geq 99.99\%$, 以此作为生产 MoSi_2 的原料。单晶硅的边角料(块状), 经破碎后过筛, 要求粒度 ≤ 180 目, 再经球磨, 料球比为 1:2, 研磨 24h, 或更长些时间后过 280 目筛子。

其反应后所得的 MoSi_2 , 一般碳硫含量较低(C $\leq 0.0005\%$, S $\leq 0.0003\%$), 碳硫主要是磨料所污染。产品的化学成分, 直接决定于原料。用冶炼形式获得的硅块, 或硅合金粉, 一般碳硫含量较高。

二硅化钼产品的熔点, 通常随着杂质含量的升高, 其熔点降低。用冶炼方法生产的硅块, 然后再经加工成二硅化钼的, 在通常情况下不适合制作碳硫分析用的坩埚填料。

2)由于研磨工艺所决定,一般要获得 ≤ 280 目以下的细粉,只有通过研磨方法才能获得。

3)从实验中观察到,反应的点火温度,约在 1000°C 左右,反应物料很容易引燃;引燃温度及反应是否完全,与物料颗粒度的大小密切相关,颗粒

度越细小,越容易引燃,并反应完全。

对钼粉要求细小,新鲜,含氧量低,反应也越容易引燃,并反应完全。

如果硅粉颗粒度稍粗,不易点燃时,可以适当进行外加热,进行热源补充,以便引燃。