



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103018143 A

(43) 申请公布日 2013. 04. 03

(21) 申请号 201210515224. 7

(22) 申请日 2012. 12. 05

(71) 申请人 平顶山易成新材料股份有限公司
地址 467013 河南省平顶山市高新技术开
发区建设路东段 631 号

(72) 发明人 曲丽伟 梁贵振 夏军 杨正宏
叶小迷 张向峰 苏燕 张强

(74) 专利代理机构 洛阳公信知识产权事务所
(普通合伙) 41120

代理人 张彬

(51) Int. Cl.

G01N 15/02 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种碳化硅微粉粒度检测方法

(57) 摘要

一种碳化硅微粉粒度检测方法,包括如下步骤:一、用光学显微镜观察样品,判断样品的型号,推断样品粒度;二、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 小于 5.5um 时,采用超声细胞粉碎机进行分散,分散完毕,采用 Malvern 激光粒度仪进行粒度检测;三、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 大于 5.5um 时,采用超声清洗器进行分散,分散完毕,采用 COULTER 颗粒计数器进行粒度检测。本发明提供的碳化硅微粉粒度的检测方法融合了电阻法与激光法两种方法,配合针对不同型号的样品选择性的采用相对应的分散方法,从而使碳化硅颗粒分散均匀、良好,进而使粒度检测数据更为科学、真实,精确度高。

1. 一种碳化硅微粉粒度检测方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤一、用光学显微镜观察样品,判断样品的型号,推断样品粒度;

步骤二、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 小于 5.5 μ m 时,采用超声细胞粉碎机进行分散,分散完毕,采用 Malvern 激光粒度仪进行粒度检测,具体方法如下:

(1)称量 10-40mg 样品于 100 mL 塑料量杯中,加入纯水 50 mL,将超声探头浸入样品中液面下 1.0-1.5cm;

(2)调节超声变幅杆的输出超声功率为 325W、工作时间 5min、以及超声间隔为每超声 3s 间歇 2s,然后开始进行超声分散,得到碳化硅微粉浆料,备用;

(3)预先开启 Malvern 激光粒度仪,预热 30min 后,向 Malvern 激光粒度仪的样品杯中加入 900-1100ml 纯净水,用湿法进样器的泵将液体循环,调节搅拌速度为 2850 r/min,然后用胶头滴管将步骤(2)中已分散好的碳化硅微粉浆料滴加 10-20ml 于样品杯中,当样品杯中碳化硅微粉的质量百分浓度为 5%-6% 时,在超声频率为 25kHz 条件下进行内置超声 105s;

(4)将 Malvern 激光粒度仪进行对光,观察背景状态正常后进行测量,控制遮光度范围于 5.0%-6.0%,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测;

步骤三、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 大于 5.5 μ m 时,采用超声清洗器进行分散,分散完毕,采用 COULTER 颗粒计数仪进行粒度检测,具体方法如下:

(1)用天平称取 0.1-0.5g 碳化硅微粉样品置于 50mL 玻璃小烧杯中,再添加 10mL 生理盐水,然后将小烧杯放入内有液体介质的超声清洗器里面,调整清洗器内液面高度使其与小烧杯内液面高度保持一致,使用超声清洗器进行超声分散,超声频率为 20-30kHz,5min 后分散结束,得到碳化硅微粉浆料,备用;

(2)预先开启 COULTER 颗粒计数仪,预热 15min 后,向 COULTER 颗粒计数仪的样品杯中加入质量浓度为 0.9% 的生理盐水 100-250ml,在样品杯中搅拌器的搅拌速度为 28-32r/min 的条件下,向样品杯中滴加步骤(1)分散好的碳化硅微粉浆料 0.5-2ml,然后进入自动测量状态,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测。

2. 如权利要求 1 所述的一种碳化硅微粉粒度检测方法,其特征在于:步骤三中所述的超声清洗器里的液体介质为水。

一种碳化硅微粉粒度检测方法

技术领域

[0001] 本发明属于超细微粉粒度检测领域,主要涉及一种碳化硅微粉粒度检测方法。

背景技术

[0002] 碳化硅微粉可以作为单晶硅和多晶硅的专用切割刀具,也用于航空领域的高性能陶瓷,随着光伏、半导体、微电子以及高性能陶瓷行业的快速发展,碳化硅微粉作为一种新能源材料得到了长足的发展。碳化硅精细微粉,由于其粒度较小,颗粒具有比表面积较大、比表面能较大以及热不稳定性较高等特点,而使其极趋于团聚,从而不利于我们生产过程中的监控,更不利于产品的应用。因此,如何更科学、精确地检测碳化硅微粉的粒度,成为这个行业现在研究与解决的热点问题,而如何更合理、科学地对样品进行分散是准确检测微粉粒度的前提。

发明内容

[0003] 本发明针对现有技术中存在的问题,提供了一种碳化硅微粉粒度检测方法,该方法科学合理,精确度高。

[0004] 本发明解决上述技术问题采用的技术方案是:一种碳化硅微粉粒度检测方法,包括如下步骤:

步骤一、用光学显微镜观察样品,判断样品的型号,推断样品粒度;

步骤二、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D_{50} 小于 $5.5\mu\text{m}$ 时,采用超声细胞粉碎机进行分散,分散完毕,采用 Malvern 激光粒度仪进行粒度检测,具体方法如下:

(1)称量 $10\text{--}40\text{mg}$ 样品于 50 mL 塑料量杯中,加入纯水 100 mL ,将超声探头浸入样品中液面下 $1.0\text{--}1.5\text{cm}$;

(2)调节超声变幅杆的输出超声功率为 325W 、工作时间 5min 、以及超声间隔为每超声 3s 间歇 2s ,然后开始进行超声分散,得到碳化硅微粉浆料,备用;

(3)预先开启 Malvern 激光粒度仪,预热 30min 后,向 Malvern 激光粒度仪的样品杯中加入 $900\text{--}1100\text{ml}$ 纯净水,用湿法进样器的泵将液体循环,调节搅拌速度为 2850 r/min ,然后用胶头滴管将步骤(2)中已分散好的碳化硅微粉浆料滴加 $10\text{--}20\text{ml}$ 于样品杯中,当样品杯中碳化硅微粉的质量百分浓度为 $5\%\text{--}6\%$ 时,在超声频率为 25kHz 条件下进行内置超声 105s ;

(4)将 Malvern 激光粒度仪进行对光,观察背景状态正常后进行测量,控制遮光度范围于 $5.0\%\text{--}6.0\%$,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测;

步骤三、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D_{50} 大于 $5.5\mu\text{m}$ 时,采用超声清洗器进行分散,分散完毕,采用 COULTER 颗粒计数仪进行粒度检测,具体方法如下:

(1)用天平称取 $0.1\text{--}0.5\text{g}$ 碳化硅微粉样品置于 50mL 玻璃小烧杯中,再添加 10mL 生理盐水,然后将小烧杯放入内有液体介质的超声清洗器里面,调整清洗器内液面高度使其与小烧杯内液面高度保持一致,使用超声清洗器进行超声分散,超声频率为 $20\text{--}30\text{kHz}$, 5min

后分散结束,得到碳化硅微粉浆料,备用;

(2) 预先开启 COULTER 颗粒计数仪,预热 15min 后,向 COULTER 颗粒计数仪的样品杯中加入质量浓度为 0.9% 的生理盐水 100-250ml,在样品杯中搅拌器的搅拌速度为 28-32r/min 的条件下,向样品杯中滴加步骤(1)分散好的碳化硅微粉浆料 0.5-2ml,然后进入自动测量状态,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测。

[0005] 步骤三中所述的超声清洗器里的液体介质为水。

[0006] 本发明提供的碳化硅微粉粒度的检测方法使用的粒度检测设备包括 MS3 COULTER 颗粒计数仪以及 Malvern 2000 激光粒度仪,这两种设备的检测原理分别如下:

(1)COULTER 计数法的检测原理是把颗粒的体积信号转移成电脉冲,通过记录电脉冲的幅度和数量来计算颗粒的粒度及粒度分布,这种方法针对 D50 大于 5.5um 的碳化硅微粉颗粒检测最直接有效。

[0007] (2) Malvern 2000 激光粒度仪是利用颗粒对光的散射或衍射现象测量颗粒大小的,即光在行进过程中遇到颗粒时会有一部分偏离原来的传播方向,可以精确、无损伤地测量从 0.02 ~ 2000 微米范围的颗粒粒度,在颗粒分散均匀、良好的情况下,尤其针对 D50 小于 5.5um 的颗粒进行检测更为科学、精确,颗粒越小,偏离角越大。

[0008] 本发明的有益效果:

其一、针对不同型号的碳化硅微粉样品,本发明提供了两种不同的分散方法,对于平均粒度 D50 小于 5.5um 的碳化硅微粉采用超声细胞粉碎机进行分散,超声细胞粉碎机利用超声波在液体中的分散效应,使液体产生空化的作用,从而使液体中的固体颗粒粉碎,微粉分散均匀、效果良好;对于平均粒度 D50 大于 5.5um 的碳化硅微粉采用超声清洗器进行分散,超声清洗器利用液体中气泡破裂所产生的冲击波来将微粉颗粒进行分散;这两种针对不同粒径的分散方法为精确测量碳化硅微粉粒度提供了前提和保证。

[0009] 其二、本发明提供的碳化硅微粉粒度的检测方法融合了电阻法与激光法两种方法,配合针对不同型号的样品选择性的采用相对应的分散方法,从而使碳化硅颗粒分散均匀、良好,进而使粒度检测数据更为科学、真实,精确度高。

附图说明

[0010] 图 1 为碳化硅微粉粒度检测的检测结果。

具体实施方式

[0011] 一种碳化硅微粉粒度检测方法,包括如下步骤:

步骤一、用光学显微镜观察样品,判断样品的型号,推断样品粒度;

步骤二、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 小于 5.5um 时,采用超声细胞粉碎机进行分散,分散完毕,采用 Malvern 激光粒度仪进行粒度检测,具体方法如下:

(1)称量 10-40mg 样品于 100 mL 塑料量杯中,加入纯水 50 mL,将超声探头浸入样品中液面下 1.0-1.5cm;

(2)调节超声变幅杆的输出超声功率为 325W、工作时间 5min、以及超声间隔为每超声 3s 间歇 2s,然后开始进行超声分散,得到碳化硅微粉浆料,备用;

(3)预先开启 Malvern 激光粒度仪,预热 30min 后,向 Malvern 激光粒度仪的样品杯

中加入 900-1100ml 纯净水,用湿法进样器的泵将液体循环,调节搅拌速度为 2850 r/min,然后用胶头滴管将步骤(2)中已分散好的碳化硅微粉浆料滴加 10-20ml 于样品杯中,当样品杯中碳化硅微粉的质量百分浓度为 5%-6% 时,在超声频率为 25kHz 条件下进行内置超声 105s ;

(4) 将 Malvern 激光粒度仪进行对光,观察背景状态正常后进行测量,控制遮光度范围于 5.0%-6.0%,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测 ;

步骤三、当碳化硅微粉样品的平均粒度 D50 大于 5.5um 时,采用超声清洗器进行分散,分散完毕,采用 COULTER 颗粒计数仪进行粒度检测,具体方法如下 :

(1) 用天平称取 0.1-0.5g 碳化硅微粉样品置于 50mL 玻璃小烧杯中,再添加 10mL 生理盐水,然后将小烧杯放入内有液体介质的超声清洗器里面,调整清洗器内液面高度使其与小烧杯内液面高度保持一致,使用超声清洗器进行超声分散,超声频率为 20-30kHz,5min 后分散结束,得到碳化硅微粉浆料,备用 ;

(2) 预先开启 COULTER 颗粒计数仪,预热 15min 后,向 COULTER 颗粒计数仪的样品杯中加入质量浓度为 0.9% 的生理盐水 100-250ml,在样品杯中搅拌器的搅拌速度为 28-32r/min 的条件下,向样品杯中滴加步骤(1)分散好的碳化硅微粉浆料 0.5-2ml,然后进入自动测量状态,测量结束后保存数据,即完成碳化硅微粉粒度的检测。

[0012] 采用上述方法分别对 JIS#1200、JIS#1500、JIS#3000、JIS#4000、JIS#8000 和 JIS#10000 颗粒进行粒度检测,检测结果如附图 1 所示,

其中,相对标准偏差是指标准偏差与测量结果算术平均值的比值 ;标准偏差是方差的算数平方根,反映的是测量值的离散程度 ;方差是各个测量值与平均值之差的平方的平均数,用来度量测量值与平均值之间的偏离程度,也就是说相对标准偏差是评价检测方法好坏的最基本的指标,测量值的相对标准偏差越小,离散度越小,说明检测方法越精确。

[0013] 由附图中数据可知 :在检测碳化硅微粉粒度时,针对 JIS#1500~JIS#600 等型号的碳化硅微粉,分散时选用超声清洗器进行超声分散,然后采用 MS3 COULTER 颗粒计数仪进行粒度检测, D50 检测数值相对标准偏差较小 ;针对 JIS#2500~JIS#10000 等型号的碳化硅微粉,分散时选用超声细胞粉碎机进行超声分散,然后选用 Malvern2000 激光粒度仪进行粒度检测, D50 检测数值相对标准偏差较小,检测数据较稳定。通过测量 D3 和 D94 与 D50 的测量值对比,能更准确的反应出碳化硅微粉的粒度分布,粒度分布越集中反映出检测方法中的离散方法越优良,即检测方法的精确度较高。

[0014] 本发明提供的碳化硅微粉粒度的检测方法融合了电阻法与激光法两种方法,同时针对不同型号的样品,选择性的采用了相对应的分散方法,从而使碳化硅颗粒分散均匀、良好,使粒度检测数据更为科学、真实,精确度高。

检测方法	样品信息及标识		D3(um)	D50(um)	D94(um)
超声清洗 器分散	JIS=1200	1st	14.92	10.51	6.982
		2nd	14.98	10.46	6.894
		3rd	14.88	10.48	6.921
		4th	15.02	10.53	5.899
		5th	15.09	10.41	6.935
		D50 相对标准偏差	---	0.045	---
	Coulter 检测	JIS=1500	1st	12.92	8.289
2nd			12.84	8.281	5.598
3rd			12.71	8.294	5.612
4th			12.88	8.231	5.606
5th			12.79	8.288	5.594
D50 相对标准偏差			---	0.031	---
超声细胞 分散 Malvern		JIS=3000	1st	10.892	4.947
	2nd		10.931	4.965	2.384
	3rd		10.914	4.981	2.391
	4th		10.899	5.002	2.390
	5th		10.919	4.994	2.386
	D50 相对标准偏差		---	0.022	---
	JIS=4000	1st	9.386	4.294	1.834
		2nd	9.381	4.288	1.838
		3rd	8.476	4.289	1.840
		4th	9.392	4.297	1.829
		5th	8.934	4.261	1.831
		D50 相对标准偏差	---	0.014	---
	JIS=8000	1st	3.729	1.381	0.579
		2nd	3.688	1.374	0.582
		3rd	3.694	1.377	0.581
		4th	3.661	1.382	0.576
		5th	3.690	1.398	0.571
		D50 相对标准偏差	---	0.009	---
	JIS=10000	1st	2.219	0.827	0.337
		2nd	2.241	0.831	0.334
		3rd	2.236	0.806	0.339
4th		2.230	0.819	0.341	
5th		2.239	0.812	0.339	
D50 相对标准偏差		---	0.011	---	

图 1