

## 离子色谱在固体材料检测中的应用（一）

材料在我们的生产生活中占据着举足轻重的地位，任何一种技术的革新都离不开材料。一方面，新技术的实现需要性能更加优异的新材料；另一方面，新技术又催生了新材料的诞生。从人类原始的新石器时代、青铜、铁器时代到现如今最尖端、最复杂的信息时代莫不如此。毫不夸张的说：人类科学的进步史就是一部材料进步史。

经过大量的研究，人们发现：材料所含离子的种类与含量等方面的差异对材料性能、生态环境以及健康的影响是十分巨大的。因此，离子色谱法作为一种重要的检测方法也被引入到材料的检测与分析中。

本文为大家简单介绍离子色谱法在常见的几种材料检测中的应用案例。

### 1. 氮化硅提取液中阴离子的测定



氮化硅是一种重要的新型结构陶瓷材料。它具有高密度、超硬度、润滑性、耐磨损、耐腐蚀和耐高温且不易传热等优点，可用于制造轴承、气轮机叶片、永久性模、陶瓷密封环、等机械构件以及热电偶管、火箭喷嘴、熔解金属的坩埚等高温零部件。

由于氮化硅中阴离子杂质尤其是卤素会对相关接触部件造成严重腐蚀，从而影响构件的机械强度和密封环的密封效果，所以对氮化硅中阴离子杂质的准确测定具有重要意义。

#### 色谱条件

分析柱：SH-G-1+SH-AC-11

流动相：14 mM KOH(EG)

流速：1.0 mL/min

柱温：35 °C

抑制器：SHY-A-6

进样体积：25  $\mu$ L

前处理：样品经 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤后进样分析。

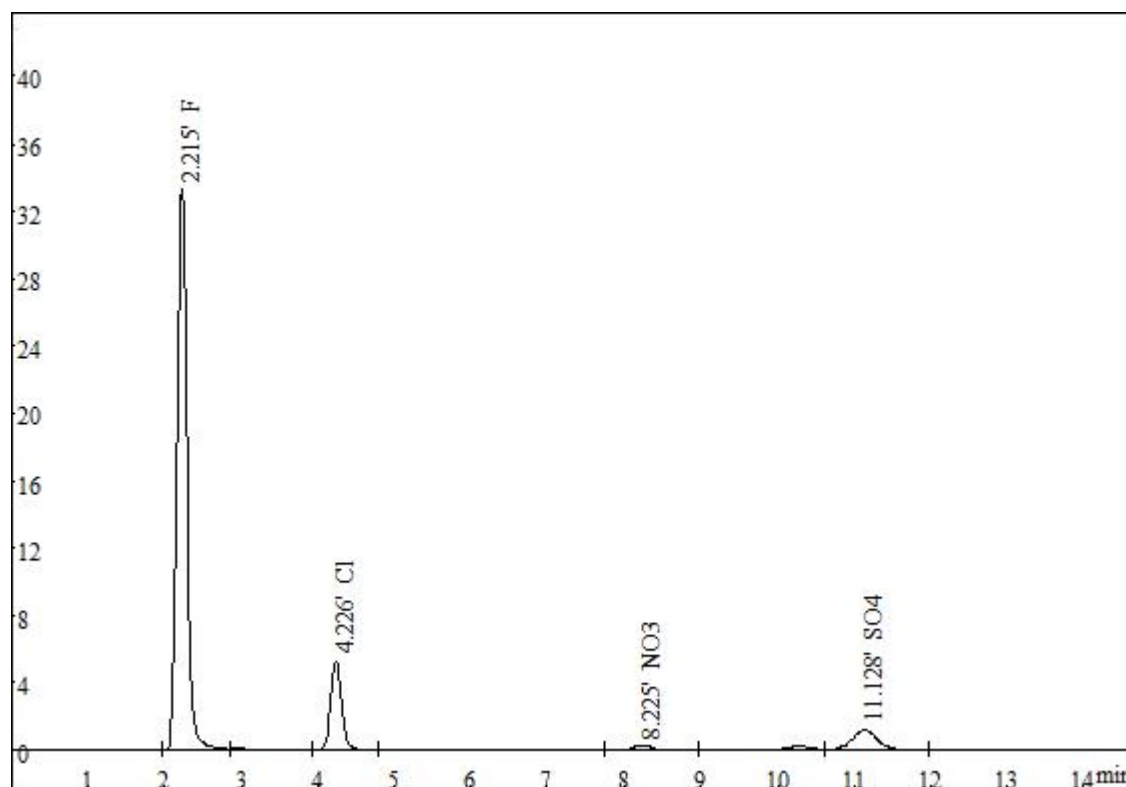


图 1 氮化硅提取液中阴离子谱图

## 2. 碳化硅提取液中阴阳离子的测定

碳化硅（SiC）又名金刚砂，是用石英砂、石油焦(或煤焦)、木屑等原料通过电阻炉高温冶炼而成。目前中国工业生产的碳化硅分为黑色碳化硅和绿色碳化硅两种，均为六方晶体。碳化硅由化学性能稳定、导热系数高、热膨胀系数小、耐磨性能好等特点，主要有四大应用领域，即：功能陶瓷、高级耐火材料、磨料及冶金原料，高纯度碳化硅可制造半导体和碳化硅纤维。碳化硅中的杂质阴阳离子会对其性能产生影响，需要进行检测以提高纯化技术。

### 色谱条件

## 常规阴离子

分析柱：SH-G-1+SH-AC-11

流动相：10 mM KOH ( EG )

流速：1.0 mL/min

柱温：45 °C

抑制器：SHY-A-6

进样体积：25  $\mu$ L

前处理：样品稀释适当倍数过 0.22  $\mu$ m 一次性针头过滤器和银-钠柱进样分析。

## 阳离子

分析柱：SH-G-1+SH-CC-3L

流动相：5.5 mM 甲烷磺酸

流速：1.0 mL/min

柱温：35°C

抑制器：SHY-C-3

进样体积：25  $\mu$ L

前处理：样品稀释适当倍数过 0.22  $\mu$ m 一次性针头过滤器进样分析。

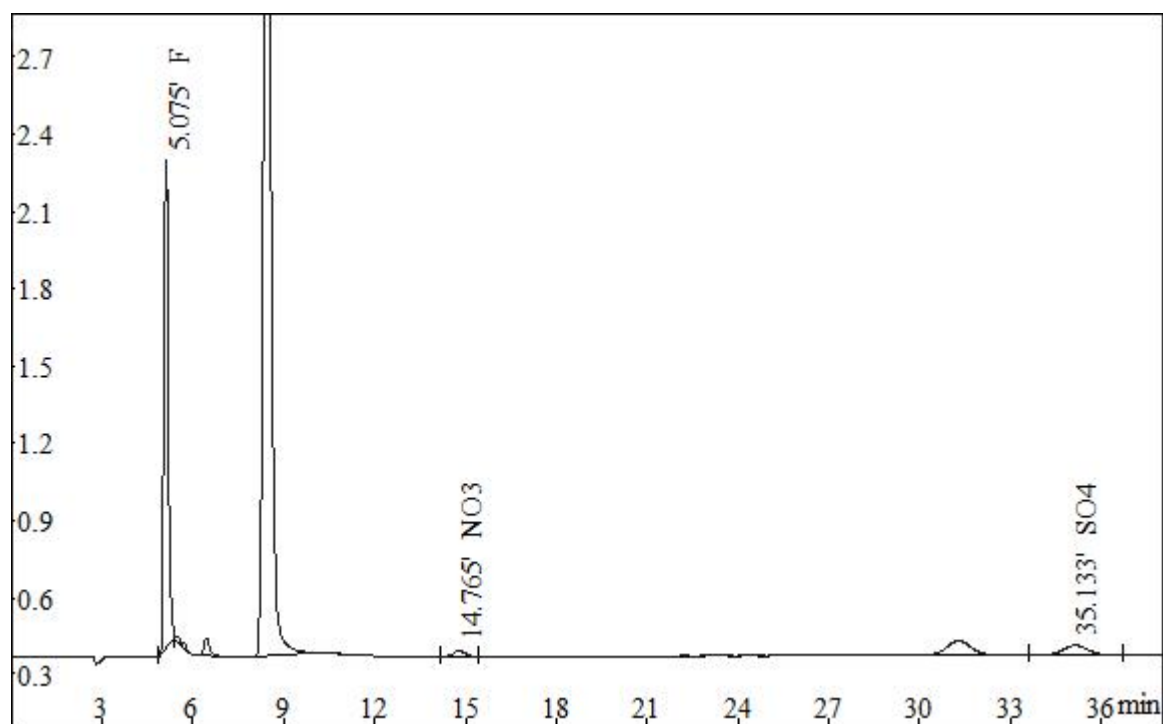


图2 碳化硅提取液中阴离子谱图

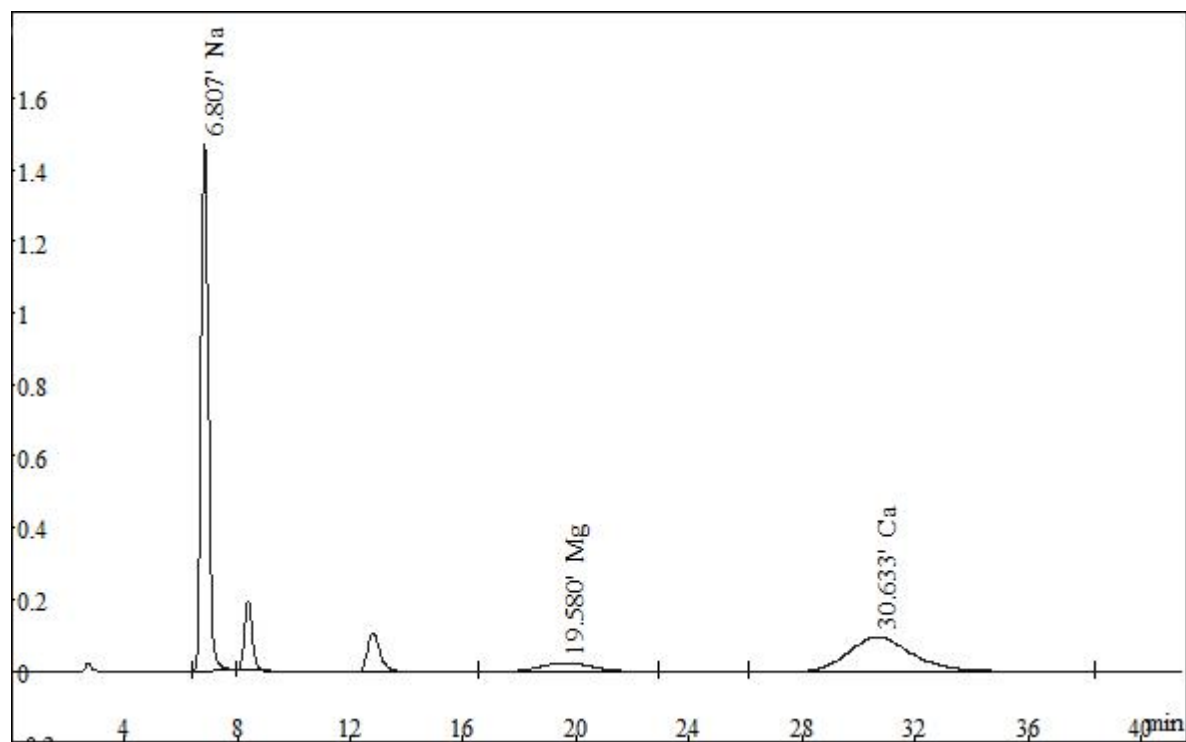


图3 碳化硅提取液中阳离子谱图

### 3. 氧化硅粉末中阴离子的测定



二氧化硅是制造玻璃、石英玻璃、水玻璃、光导纤维、电子工业的重要部件，是光学仪器、工艺品和耐火材料的原料，是科学研究的重要材料。多数应用领域对二氧化硅的纯度有很高要求，而二氧化硅的合成方法主要有离子交换、硅粉法、硫酸法等，均需要加入化学试剂，因此对后续的纯化技术提出较高要求。离子色谱提供了一种快速检测二氧化硅中阴离子的方法，可指导生产并对成品的质量进行监测。

#### 色谱条件

分析柱：SH-G-1+SH-AP-1

流动相：15 mM KOH(EG)

流速：0.7 mL/min

柱温：35 °C

抑制器：SHY-A-6

进样体积：100  $\mu$ L

前处理：准确称取 6.0 g 样品（精确至 0.1 mg）于聚四氟乙烯烧杯中，准确加入 60 mL 高纯水，磁力搅拌 10 min，用磁铁取出磁子，盖上盖子。将聚四氟乙烯烧杯转移到烘箱中，95°C 烘 20 h，取出冷却至室温，混合均匀。混合液体倒入离心管中，离心机上 3000 r/min 离心 30min，将上清液倒入干

净离心管中，过 0.22  $\mu\text{m}$  一次性针头过滤器进样分析。

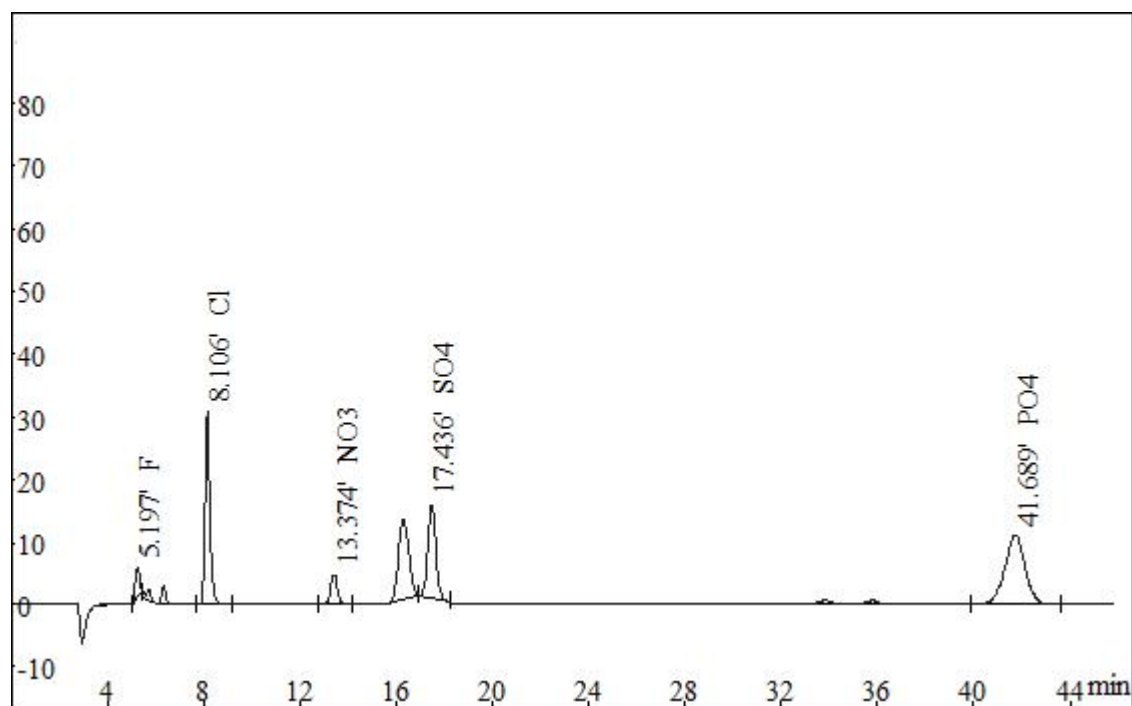


图 4 氧化硅粉末中阴离子谱图

经测试，采用离子色谱法，盛瀚 SH-G-1 保护柱和 SH-AC-11、SH-CC-3L、SH-AP-1 离子色谱柱，可进行氮化硅提取液、氧化硅粉末中阴离子的测定，以及碳化硅提取液中阴阳离子的测定。