

样品预处理对离子色谱法测定钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量的影响

陆 瑶, 赵卫芳, 奚黎萍, 杨永强*

江苏省特种设备安全监督检验研究院, 国家石墨烯产品质量检验检测中心(江苏), 江苏 无锡

收稿日期: 2024年10月13日; 录用日期: 2024年11月8日; 发布日期: 2024年11月18日

摘 要

离子色谱法作为一种高效的分析技术, 在测定钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量方面具有重要作用, 但是在日常测试过程中较少关注样品前处理等因素对测定结果的影响。传统的样品前处理只采用了加热溶解, 但是测试过程中发现有的样品仅靠加热溶解其分散性、溶解性并不好, 影响结果的测定。所以本文在传统加热溶解的基础上重点研究了超声方法和高速离心机的影响, 实验表明, 样品超声有利于提高样品的溶解性, 并且超声时间在(1~3 min)时, 对于测定的结果较稳定。同时采用离心机处理利于我们提取上层清液, 从而保护色谱柱不被损坏, 确保测定结果的准确性。

关键词

钢铁, 腐蚀产物, 离子色谱法, 阴离子含量

The Influence of Sample Pretreatment on the Determination of Water-Soluble Anion Content in Steel Corrosion Products by Ion Chromatography

Yao Lu, Weifang Zhao, Lipin Xi, Yongqiang Yang*

National Graphene Products Quality Inspection and Testing Center (Jiangsu), Special Equipment Safety Supervision Inspection Institute of Jiangsu Province, Wuxi Jiangsu

Received: Oct. 13th, 2024; accepted: Nov. 8th, 2024; published: Nov. 18th, 2024

Abstract

As an efficient analytical technique, ion chromatography plays an important role in determining the

*通讯作者。

文章引用: 陆瑶, 赵卫芳, 奚黎萍, 杨永强. 样品预处理对离子色谱法测定钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量的影响[J]. 分析化学进展, 2024, 14(4): 211-221. DOI: 10.12677/aac.2024.144025

content of water-soluble anions in steel corrosion products. However, in daily testing processes, less attention is paid to the influence of factors such as sample pretreatment on the determination results. Traditional sample pretreatment only uses heating and dissolution. However, during the testing process, it is found that for some samples, only relying on heating and dissolution, their dispersibility and solubility are not good, affecting the determination of results. Therefore, on the basis of traditional heating and dissolution, this paper focuses on studying the influence of ultrasonic methods and high-speed centrifuges. Experiments show that ultrasonic treatment of samples is beneficial to improving the solubility of samples. And when the ultrasonic time is (1~3 minutes), the determination results are relatively stable. At the same time, using a centrifuge for treatment is beneficial for us to extract the supernatant, thereby protecting the chromatographic column from being damaged and ensuring the accuracy of the determination results.

Keywords

Iron and Steel, Corrosion Products, Ion Chromatography, Anion Content

Copyright © 2024 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

钢铁的腐蚀多数与酸性物质有关，特别是盐酸、硫酸、硝酸、氢氟酸等，对应的铁盐均有较高的水溶性，离子色谱技术作为一种高效、准确地分离和分析技术，具有较高的灵敏度和稳定性，能够快速、准确地检测水样中的离子[1]。在色谱柱中，离子通过与固定相中的空位互换位置，根据其于固定相之间相互作用的强度而被分离。流动相的流速和浓度梯度可以调节，以实现样品中不同离子间的分离和定量分析[2]。样品前处理主要包括样品过滤、调节 pH 值、样品稀释等，以保证样品中的离子能够有效地被色谱柱分离和检测。色谱柱分离是离子色谱技术的核心步骤，通过色谱柱中的树脂对不同离子的吸附和排斥作用，实现离子的分离。检测器检测通常采用电导检测器，根据离子的导电性差异进行检测[3]。

样品的预处理是离子色谱分析的基础，传统的加热溶解并不能满足实验的需要，有的样品仅靠加热溶解，溶解得不完全，影响测定结果的准确性。因此本文旨在研究提高样品分散性、溶解性以优化离子色谱法测定钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量的测定，从而确保测定结果的准确性。

2. 实验部分

2.1. 实验原理

样品制备成试样溶液后，进入以离子交换树脂为固定相的离子交换色谱柱，用适当的淋洗液洗脱，离子交换树脂上的活性交换基团与试液中的离子及流动相中的淋洗液离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动，试液中的阴离子与树脂上的交换基团不断地发生交换 - 洗脱 - 再交换 - 再洗脱，被测阴离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离，最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰，在一定的色谱条件下各组分峰的流出时间(即保留时间)固定，以此作为组分离子的定性依据。一定浓度范围内组分的峰面积(或峰高)正比于组分的浓度，记录仪收集信号，给出组分的定量结果。

2.2. 主要仪器

- 1) 离子色谱仪：配电导检测器、抑制器及所需附件组成的分析系统。设备检出限氟离子(F⁻)不小于

0.002 mg/L、氯离子(Cl^-)不小于 0.002 mg/L、亚硝酸根离子不小于(NO_2^-)0.003 mg/L、溴离子(Br^-)不小于 0.003 mg/L、硝酸根离子(NO_3^-)不小于 0.003 mg/L、磷酸根离子(PO_4^{3-})不小于 0.008 mg/L、硫酸根离子(SO_4^{2-})不小于 0.003 mg/L

- 2) 分析天平: 精度 0.1 mg。
- 3) 干燥箱: 最高干燥温度不低于 110℃;
- 4) 电热板;
- 5) 超声波清洗机: 功率不小于 150 W, 频率 40 kHz;
- 6) 高速离心机: 不低于 5000 r/min;
- 7) 水浴锅: 不低于 80℃;

2.3. 主要试剂材料

本方法所用试剂无特别说明, 均使用分析纯或优级纯, 去离子水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。试剂材料包括以下内容:

- 1) 氟离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、氯离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、亚硝酸根离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、溴离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、硝酸根离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、硫酸根离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)、磷酸根离子标准溶液(1000 mg/L, 水基体)或者氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、硫酸根离子、磷酸根离子混合标准溶液(1000 mg/L, 水基体);
- 2) 滤膜: 孔径不大于 0.22 μm , 水相;
- 3) 氢氧化钾或者碳酸钠、碳酸氢钠。

3. 测试方法

3.1. 样品水溶性组分提取

为了获得良好的精密度, 注意试样溶液的制备和保存环境应没有酸性、挥发性气体及其它造成环境污染样品的条件。盛装试样溶液的容器(玻璃瓶或 PE 瓶)应预先清洗干净, 并用去离子水充分洗涤。

3.1.1. 方法 A

称取经干燥、研磨、混匀的腐蚀产物 0.10~0.50 g (精确到 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶中, 加 60 mL 去离子水, 用电热板加热到微沸, 保持 5~10 min。从电热板取下, 冷却至室温, 超声 1~3 min, 加水定容, 静置。

3.1.2. 方法 B

腐蚀产物量太少时, 不能按方法 A 准确称量腐蚀产物质量时可割取腐蚀特征明显部位的适量钢铁件(下称试件), 风干后称量, 放入 500 mL 广口塑料瓶中加入去离子水浸泡, 加盖后在 80℃水浴中加热 30 min, 取下, 超声 1~3 min, 将浸泡液转移到 500 mL 容量瓶中, 定容、静置。

将浸泡后的试件取出, 105℃干燥、称量, 以计算浸泡溶解和脱落的腐蚀产物质量。

3.2. 溶液澄清净化

用离心管取静置处理的浸泡液清液 20~40 mL, 上离心机离心处理, 取上层清液作测试预备液。测试预备液用孔径不大于 0.22 μm 滤膜过滤, 获得测试液。

3.3. 仪器分析条件优化

根据仪器情况, 最佳分析条件可能不同, 设定的参数应保证被测组分得到有效分离和测定。

3.4. 标准曲线绘制

定量分析阴离子浓度,用已知组分和浓度的标准溶液进样分析,确定相应的出峰位置和峰面积(或峰高),绘制标准工作曲线。

工作曲线绘制可以用外标法,相应试样溶液中阴离子(氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、硫酸根离子、磷酸根离子)组分和含量,可以由试样检测信号经分析仪器数据处理程序获得。

混合标准工作溶液,根据实际测定的离子浓度范围,取各离子标准溶液或者混合标准溶液分别注入一组容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,配制成 5 个混合标准工作溶液。

3.5. 空白试验

随同试验做空白试验。

3.6. 试样测定

取测试液检测,采集相应出峰信息,用标准曲线数据计算测试液中各阴离子的浓度。

3.7. 结果计算

按式(1)计算样品中各阴离子的含量,计算结果需扣除空白值:

式中:

$$X = n(c - c_0) \times \frac{V}{m} \quad (1)$$

X ——试样中待测离子的含量, mg/kg;

n ——稀释比,测试液(3.2)上离子色谱仪测试时稀释的倍数,直接用测试液进样测试无稀释时,其值为 1.0;

c ——试样测定(3.6)时分析软件根据工作曲线数据计算给出的离子浓度, mg/L;

c_0 ——空白试验给出的离子浓度, mg/L;

V ——定容体积, mL;

m ——腐蚀产物试样的质量, g。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至整数,测定结果数值修约时按照 GB/T 8170 有关规定进行。

4. 结果与讨论

4.1. 样品超声的影响

钢铁腐蚀产物在水中有一定的溶解度,有的样品溶解性较差。在 DL/T1151《火力发电厂垢和腐蚀产物的分析方法》中用离子色谱仪测定水溶性垢样中的阴离子时,采用的样品溶液制备方法中仅用到了加热溶解,实验过程中发现仅用加热溶解,有的样品溶解性不是很好。所以我们在此基础上增加了超声波清洗机。我们选了 3 种不同的腐蚀产物,在采用 3.1.2 方法 A 时,待电热板加热结束后,对样品进行超声和未超声处理,测定结果如下图 1。

从图 1~3 可以看出,超声后的样品结果比未超声的样品结果高,所以样品预处理时增加超声波清洗机有助于分散水溶性样品中的颗粒,使其更加均匀地分布在溶液中,提高样品的均一性,同时可以加快水溶性物质在溶剂中的溶解速度,提高溶解效率。

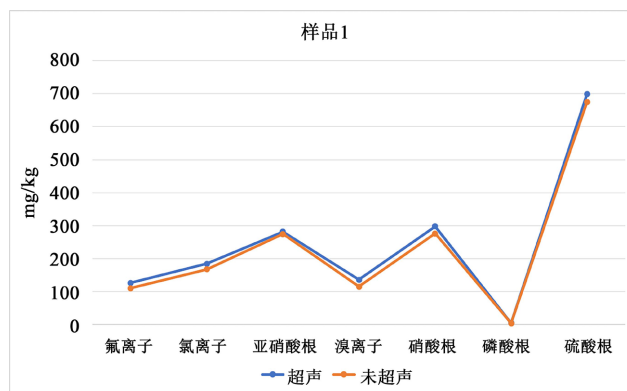


Figure 1. Sample 1 ultrasound and non-ultrasound results

图 1. 样品 1 超声和未超声的结果

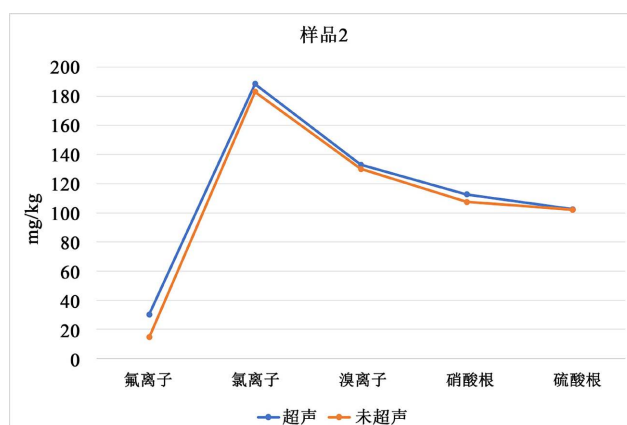


Figure 2. Sample 2 ultrasound and non-ultrasound results

图 2. 样品 2 超声和未超声的结果

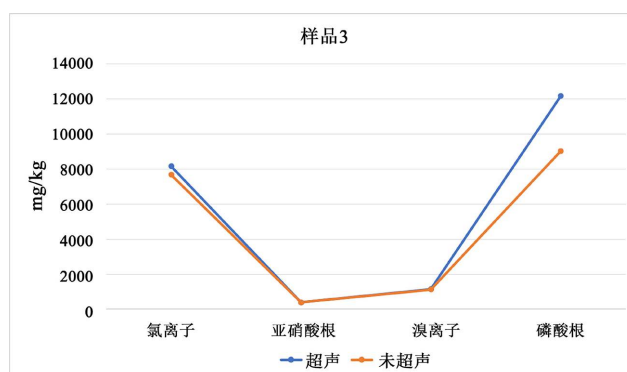


Figure 3. Sample 3 ultrasound and non-ultrasound results

图 3. 样品 3 超声和未超声的结果

4.2. 样品超声时间的确定

由于不同部件腐蚀产物的疏松程度不一致，我们取同一种腐蚀产物在不同的超声时间下进行了相关实验。由图 4 我们可以看出，超声时间低于 1 min 时测定的阴离子浓度不稳定，而 1~3 min 测定的结果稳定性较好，趋于平稳。

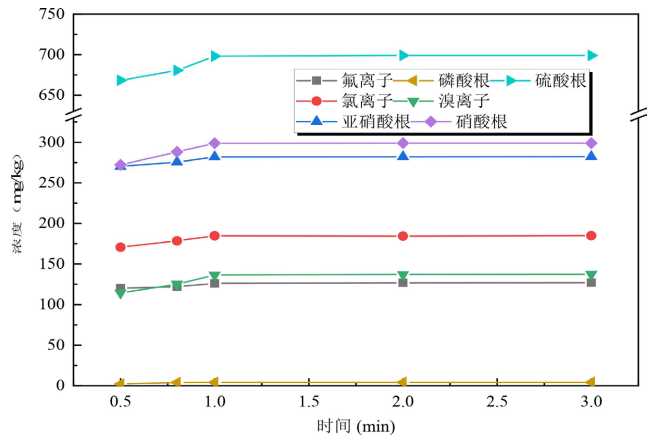


Figure 4. The relation curve between the concentration of anions and samples at different ultrasonic times

图 4. 不同超声时间的样品与阴离子浓度关系曲线

4.3. 离心机的处理

由于样品溶解在水中会出现浑浊，如果把带有浑浊的液体直接进样会导致色谱柱损坏，从而影响结果的测定，离心机可以高效的分离液体与固体颗粒物，从而利于我们提取上层清液(图 5)。

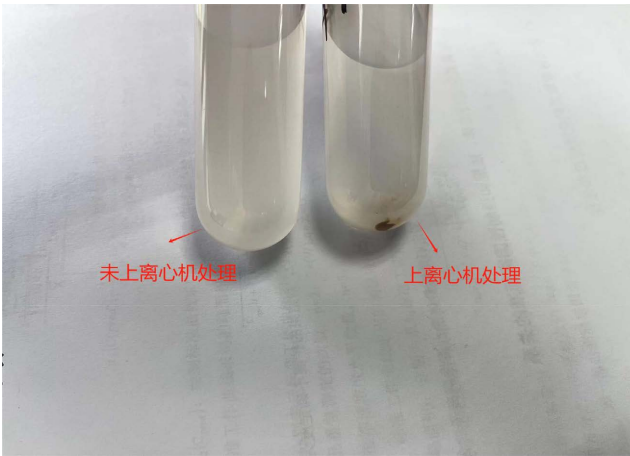


Figure 5. Contrast diagram of centrifuged and uncentrifuged samples

图 5. 离心和未离心的对比图

4.4. 对于方法 3.1.2 中方法 B 的说明

对于 3.1.2 方法 B 步骤中“放入 500 mL 广口塑料瓶中”，步骤说明：选择塑料瓶而非玻璃瓶，防止样品处理过程中的碰撞碎裂；

对于 3.1.2 方法 B 步骤中“加盖后在 80℃ 水浴中加热 30 min”，步骤说明：塑料瓶作为样品处理容器，适合水浴加热；80℃ 加热，本文件相关几个阴离子的腐蚀产物的溶解度都比较高，满足腐蚀产物溶解分析的需要。

4.5. 实验室间比对结果

小结：我们用同一种样品在不同的实验室做了比对实验。根据上述结果可知，同一种样品中 7 种阴

离子实验结果 RSD 均小于 10%，表明该标准方法在不同实验室测定的钢铁腐蚀产物水溶性阴离子含量具有很高的准确性(表 1)。

Table 1. Inter-laboratory comparison of data

表 1. 实验室间的数据比对

序号	F ⁻ 含量 (mg/kg)	Cl ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₂ ⁻ 含量 (mg/kg)	Br ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₃ ⁻ 含量 (mg/kg)	PO ₄ ³⁻ 含量 (mg/kg)	SO ₄ ²⁻ 含量 (mg/kg)
1	491.93	13344.61	1738.68	1348.26	5814.68	4750.13	11699.64
2	543.99	15067.67	2001.56	1309.21	5840.71	4367.52	11150.44
3	567.41	14216.55	2053.62	1566.89	5838.11	4141.07	10788.65
RSD	7.23%	6.06%	8.74%	9.86%	0.25%	6.97%	4.09%

4.6. 方法重复性

Table 2. 12 times for the same sample

表 2. 同一个样品 12 次结果

序号	F ⁻ 含量 (mg/kg)	Cl ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₂ ⁻ 含量 (mg/kg)	Br ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₃ ⁻ 含量 (mg/kg)	PO ₄ ³⁻ 含量 (mg/kg)	SO ₄ ²⁻ 含量 (mg/kg)
1	576.32	5573.73	955.35	1043.61	3203.53	2141.74	12448.08
2	568.54	5558.15	957.94	1046.21	3229.49	2019.73	12419.52
3	591.90	5719.11	960.54	1059.19	3226.90	2053.48	12318.28
4	550.36	5737.28	963.14	1069.57	3239.88	2037.90	12339.04
5	555.56	5739.88	960.54	1064.38	3237.28	1882.14	12341.64
6	521.81	5534.79	955.35	1069.57	3239.88	1915.89	12333.85
7	514.02	5685.36	968.33	1079.96	3213.91	1869.16	12357.22
8	578.92	5674.97	939.77	1059.19	3193.15	2045.69	12320.87
9	542.58	5617.86	934.58	1074.77	3198.34	1983.39	12440.29
10	524.40	5732.09	981.31	1085.15	3245.07	2040.50	12232.61
11	516.61	5623.05	939.77	1095.53	3187.95	2053.48	12359.81
12	539.98	5651.61	937.18	1079.96	3265.84	1962.62	12336.45
RSD	4.81%	1.29%	1.48%	1.44%	0.74%	4.02%	0.48%

小结：根据表 2 结果可知，同一种样品中 7 种阴离子实验结果 RSD 均小于 5%，表明该方法重复性较好。

4.7. 检出限

4.7.1. 离子色谱仪检出限

我们配置了不同种低浓度的阴离子标准溶液，在氟离子(F⁻)浓度为 0.01 mg/L、氯离子(Cl⁻)浓度为 0.01 mg/L、亚硝酸根离子浓度为(NO₂⁻) 0.01mg/L、溴离子(Br⁻)浓度为 0.01 mg/L、硝酸根离子(NO₃⁻)浓度为 0.01 mg/L、磷酸根离子(PO₄³⁻)浓度为 0.05 mg/L、硫酸根离子(SO₄²⁻)浓度为 0.01 mg/L 时，重复测定结果

Table 3. Detection limit of ion chromatograph
表 3. 离子色谱仪检出限

序号	F ⁻ 含量 (mg/kg)	Cl ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₂ ⁻ 含量 (mg/kg)	Br ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₃ ⁻ 含量 (mg/kg)	PO ₄ ³⁻ 含量 (mg/kg)	SO ₄ ²⁻ 含量 (mg/kg)
1	0.010	0.008	0.011	0.011	0.010	0.051	0.011
2	0.009	0.009	0.011	0.009	0.011	0.048	0.009
3	0.009	0.010	0.009	0.010	0.011	0.048	0.010
4	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.050	0.009
5	0.008	0.009	0.011	0.009	0.010	0.054	0.011
6	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.051	0.011
7	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.048	0.009
8	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.046	0.009
9	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.049	0.009
10	0.009	0.009	0.011	0.011	0.011	0.053	0.009
11	0.008	0.009	0.009	0.011	0.011	0.054	0.010
12	0.010	0.011	0.010	0.011	0.011	0.053	0.009
SD	0.07%	0.08%	0.09%	0.09%	0.09%	0.27%	0.09%
RSD	8.21%	8.42%	9.08%	9.08%	8.93%	5.31%	9.18%
检出限	0.002	0.002	0.003	0.003	0.003	0.008	0.003

的 RSD < 10%，重复性较好。测试过程中在比上述浓度更低时数据重复性较差，所以选择了上述的最低浓度来做设备检出限。在重复测 12 组，得出 3 倍的标准偏差为设备的检出限，设备检出限为氟离子(F⁻)不小于 0.002 mg/L、氯离子(Cl⁻)不小于 0.002 mg/L、亚硝酸根离子不小于(NO₂⁻)0.003 mg/L、溴离子(Br⁻)不小于 0.003 mg/L、硝酸根离子(NO₃⁻)不小于 0.003 mg/L、磷酸根离子(PO₄³⁻)不小于 0.008 mg/L、硫酸根离子(SO₄²⁻)不小于 0.003 mg/L (表 3)。

4.7.2. 方法检出限

Table 4. Method detection limit
表 4. 方法检出限

序号	F ⁻ 含量 (mg/kg)	Cl ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₂ ⁻ 含量 (mg/kg)	Br ⁻ 含量 (mg/kg)	NO ₃ ⁻ 含量 (mg/kg)	PO ₄ ³⁻ 含量 (mg/kg)	SO ₄ ²⁻ 含量 (mg/kg)
1	0.027	0.101	/	/	0.051	/	0.078
2	0.031	0.087	/	/	0.041	/	0.085
3	0.03	0.089	/	/	0.045	/	0.075
4	0.031	0.096	/	/	0.049	/	0.079
5	0.032	0.106	/	/	0.054	/	0.091
6	0.032	0.102	/	/	0.051	/	0.096
7	0.029	0.114	/	/	0.042	/	0.092
8	0.029	0.101	/	/	0.051	/	0.091

续表

9	0.028	0.113	/	/	0.042	/	0.088
10	0.027	0.101	/	/	0.046	/	0.092
11	0.03	0.112	/	/	0.052	/	0.070
12	0.029	0.117	/	/	0.045	/	0.084
SD	0.17%	0.96%	/	/	0.45%	/	0.80%
RSD	5.85%	9.33%	/	/	9.41%	/	9.45%
检出限	0.005	0.029	/	/	0.013	/	0.024

我们用 3.5 步骤中的空白测试试样重复测了 12 组, 方法检出限为: 氟离子(F^-)不小于 0.005 mg/L、氯离子(Cl^-)不小于 0.029 mg/L、硝酸根离子(NO_3^-)不小于 0.013 mg/L、硫酸根离子(SO_4^{2-})不小于 0.024 mg/L, 因为空白试样亚硝酸根离子(NO_2^-)、溴离子(Br^-)、磷酸根离子(PO_4^{3-})未出信号峰, 所以采用仪器检出限中的数据, 亚硝酸根离子不小于(NO_2^-) 0.003 mg/L、溴离子(Br^-)不小于 0.003 mg/L、磷酸根离子(PO_4^{3-})不小于 0.008 mg/L (表 4)。

4.8. 不确定度评定

4.8.1. 标准溶液引入的相对不确定度 u_1

七种阴离子标准溶液的质量浓度均为 1000 mg/L, 根据标准溶液证书, 其相对扩展不确定度为 $p\%$, 按正态分布($k=2$)计算, 标准液引入的相对标准不确定度为:

$$u_1 = \frac{p}{2 \times 100}$$

4.8.2. 标准溶液稀释定容过程中引入的相对不确定度 u_2

标准溶液稀释定容不确定度的主要来源于玻璃仪器的不确定度 $u(V \text{ 合成})$ 。配制过程中使用了 10 mL 移液管、100 mL 容量瓶, 其最大允许误差分别为 e_1 、 e_2 , 按三角形分布考虑, $k=\sqrt{6}$, 得玻璃仪器的相对合成不确定度为:

$$u_2 = \frac{u(V_{\text{玻璃仪器}})}{V_{\text{玻璃仪器}}} = \sqrt{\left[\frac{e_1}{10 \times \sqrt{6}}\right]^2 + \left[\frac{e_2}{100 \times \sqrt{6}}\right]^2}$$

4.8.3. 拟合工作曲线求 C_{pred} 过程中引入的相对不确定度 u_c

根据测得的标准曲线浓度点的峰面积, 使用线性最小二乘法拟合标准工作曲线, 得线性回归方程 $y = a \times C + b$, 相关系数 R^2 。由标准工作曲线求 C_{pred} 时产生的标准不确定度按下式计算:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [\text{峰面积}_i - (a \times C_i + b)]^2}{n-2}}$$

$$u_2[C(pred)] = \frac{s}{a} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_{pred} - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}}$$

式中: $u_2(C_{pred})$: 绘制标准曲线求 C_{pred} 时产生的标准不确定度;

s : 从标准工作曲线求得的峰面积与实际峰面积之差, 按贝塞尔公式求出的标准偏差;

a 、 b ：分别表示标准工作曲线的斜率、截距；

p ：样品重复测定的次数， $p = 2$ ；

n ：标准溶液浓度水平数量， $n = 5$ ；

C_{pred} ：标准工作曲线求出的测试液中阴离子的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

C_i ，峰面积 i ：分别为系列标准工作溶液对应的阴离子($\mu\text{g/mL}$)和峰面积。上述不确定度的合成相对不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \left[\frac{u_2 [C(pred)]}{C(pred)} \right]^2}$$

4.8.4. 样品称量引入的相对不确定度 u_m

用万分之一天平称取样品重量 50 mg，天平允差为 e_m 。采用均匀分布，称量引入的相对不确定度为 u_m 。

$$u_m = \frac{e_m}{\sqrt{3} \times 50}$$

4.8.5. 样品配制引入的相对不确定度 u_v

样品配制使用 100 mL 钢铁容量瓶，其最大允许误差分别为 e_2 ，按三角形分布考虑， $k = \sqrt{6}$ ，综合得样品溶液配制的相对合成不确定度为 u_v 。

$$u_v = \frac{e_2}{10 \times \sqrt{6}}$$

4.8.6. 重复性引入的相对不确定度 u_{rep}

按 2 次重复测定计算

$$u_{rep} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n \times (n-1)}}}{\bar{X}}$$

X_j ：测定的阴离子含量， mg/kg ； $\bar{X}$ ：两次测定的平均值， mg/kg ； n ：测定次数， $n = 2$ ；

4.8.7. 扩展不确定度

以上各分量分别独立，合成不确定度为：

$$u_c(w) = \sqrt{u_c^2 + u_m^2 + u_v^2 + u_{rep}^2}$$

对于正态分布，置信水平 95% 时，对应的 $k = 2$ ，则结果的扩展不确定度为：

$$U = \bar{X} \times U_c(w) \times 2$$

5. 结论

本工作探讨了样品预处理对离子色谱仪法测定钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量的影响，并通过实验得出了最佳试验条件：1) 样品加热溶解后结合超声处理有利于提高样品的均一性和溶解性；2) 超声时间在 1~3 min，确保结果的稳定性；3) 离心机处理从而保护色谱柱不被损坏，确保设备的稳定性。该方法的检出限低、准确度高、精密度好，可广泛应用于钢铁腐蚀产物中水溶性阴离子含量的分析。本工作

提高了离子色谱仪运行的可靠性和准确性，为该领域的发展提供技术保障。将有效推动失效分析检测技术研究，促进我国钢铁行业失效分析的技术进步和健康有序发展。

基金项目

本工作得到了江苏省特种设备安全监督检验研究院科技项目(KJ(Y)2023010)的支持。

参考文献

- [1] 强胜, 王怡然. 离子色谱技术在水环境检测中的应用思考[J]. 皮革制作与环保科技, 2024, 5(1): 26-28.
- [2] 史作华. 离子色谱技术在地下水污染源水质监测中的应用[J]. 实验室检测, 2024, 2(1): 5-9.
- [3] 冯敏, 陈玲. 基于离子色谱技术的有机磷和消毒副产物基底效应检测[J]. 化工自动化及仪表, 2023, 50(6): 786-790.