pH 计/离子计/电导率仪/溶氧仪疑难解答





目录

— .	pН	测量常见疑难问题	4
	1. 1	什么是 pH? 其测量原理是什么?	4
	2. ;	怎样辨别酸度计(也称 pH 计)故障 ?	5
	3. _I	pH 的温度补偿与 25℃折算概念的区别 ?	6
	4.	为什么同一样品在两台 pH 计上测量的读数不同 ?	6
	5.	为什么电极在不同样品中测量值不变 ?	6
	6. 4	什么原因导致同一样品的两次测量数据不同 ?	6
	7. J	用 pH6.86 缓冲液校准后显示却为 7.00 的原因是什么 ?	6
	8.	为什么新电极不能校准或数值不稳定 ?	7
	9.	为什么电极测量值不稳定 ?	7
	10.	什么原因导致第二点校正出错或不能校正 ?	7
	11.	为什么使用自定义缓冲液校正后会出错 ?	7
	12.	国产 pH 计或其它品牌进口 pH 计能否与梅特勒一托利多 pH 电极连接使用 ?	7
	13.	校正斜率大于 105% 时该如何处理 ?	7
	14.	为什么电极放在 pH7.00 的缓冲液中校正后,读数没有显示为 7.00 ?	8
	15.	如何使用电极支架 ?	8
	16.	如何根据不同的应用领域选择不同的 pH 电极杆 ?	8
	17.	什么是指示电极 ?	8
	18.	什么是参比电极 ?	8
	19.	什么是复合电极 ?	9
	20.	什么是三合一电极 ?	9
	21.	pH 电极怎样储存 ?	9
	22.	电极玻璃膜干涸应该怎么处理 ?	9
	23.	怎样添加电解液 ?	9
	24.	测量样品可否与电解液发生反应 ?	9
	25.	怎样清洁电极 ?	9
	26.	电极需多久校准一次 ?	0
	27.	怎样活化电极 ?	0

	28. 电极上附着盐类沉积物怎么处理 ?
	29. pH 电极寿命有多长 ?
	30. 怎样选择合适的 pH 缓冲液 ? 10
	31. 怎样使用清洗液清洁电极液络部 ?
	32. 3mol/L KCl/AgCl 溶液与 3mol/L KCl 溶液有什么区别 ?
	33. 梅特勒一托利多缓冲液标准液的保质期有多久 ?
	34. 如何获得 pH 缓冲液和电导标准液的 MSDS(物质安全数据表)及质量证书 ? 11
	35. 怎样根据测试溶液选择合适的电极填充液 ?
	36. 当 pH 校准时斜率建议选择线性还是分段? 11
	37. 分段校准时某一分段斜率不通过, 但是线性斜率通过, 那么这一整段校准算通过吗?
	38. 终点标准建议选择严格、标准、快速?不同终点标准对最终测量的 pH 值有差异吗?12
	39. 当 ph 电极参比液加液孔或电极底端有盐结晶时,该如何清洁? 12
	40. 频繁用于测含蛋白样品的 ph 电极, 建议定期用盐酸和消毒剂活化该电极吗? 12
二.	离子浓度测量常见疑难问题13
	1. 什么 是离子选择性电极 ? 有哪些应用领域 ?
	2. 如何在 pH 计的 mV 模式测量离子浓度 ?14
	3. 测量离子浓度前需要做哪些准备 ?
	4. 为何要使用离子强度调节剂 ?
	5. 应该怎么选择正确的参比电极 ?
	6. 什么原因导致标准曲线的线性很差 ?
	7. 为什么离子计校准时出错 ?
	8. 离子电极使用时无响应的原因是什么 ?
	9. 为什么离子计测量电位显示为 0mV ?
	10. 为什么读数时电位不稳定 ?
	11. 测量数值误差不在正常范围内原因是什么 ?
	12. 离子选择性电极测量技术中干扰意味着什么 ?
	13. 离子电极与参比电极应怎样存放 ?
=	
	- 「 しっ」 イントス == コン∪ンハヒイントニ トイニ ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・

	1.	什么是电导率 ? 有哪些应用领域 ?	17
	2.	怎样选择电导电极 ?	17
	3.	什么是电极常数 ?	18
	4.	电导率温度补偿的意义 ? 电导率仪中的温度系数有什么作用 ?	19
	5.	为什么电导率仪测量值与经验值相差很大 ?	19
	6.	为什么在 1413 μS/cm 标准液中校准时, 读数没有锁定在 1413 μS/cm ?	19
	7.	有时插入电极后,测量值一直显示为零 ?	19
	8.	为什么电导率仪测量时读数不稳定 ?	19
	9.	为什么测量超纯水时, InLab741 和 InLab Trace 电极要与流通池连用 ?	20
	10.	校准和测量电导率时,需要控制其温度在 25±0.5℃吗?	20
四.	溶	· 看测量常见疑难问题	21
	1.	什么是溶解氧 ? 覆膜法和光学法溶解氧测量原理分别是什么 ?	21
	2.	哪些因素影响溶解氧测量 ?	21
	3.	覆膜极谱法溶氧电极(InLab 605)校准前需要做什么处理 ?	22
	4.	溶氧电极怎么保养 ?	22
	5.	溶氧仪显示数值不合理应该怎样处理 ?	22
	6.	为什么覆膜极谱法溶氧仪显示值为零 ?	22
	7.	什么时候需要更换覆膜极谱法溶解氧电极电解液 ?	22
	8.	怎样更换电解液 ?	22
	9.	什么时候需要更换覆膜极谱法溶解氧电极溶氧膜 ?	23
	10.	怎样更换覆膜极谱法溶解氧电极溶氧膜 ?	23
附身	쿤 ((一) pH 电极选型指南2	25
附录	란 ((二)新旧酸度计产品对应表2	26
附氢	를 ((三)	27

一. pH 测量常见疑难问题

1. 什么是 pH? 其测量原理是什么?

溶液的 pH 值是表示溶液中氢离子活度的负对数,表示为:

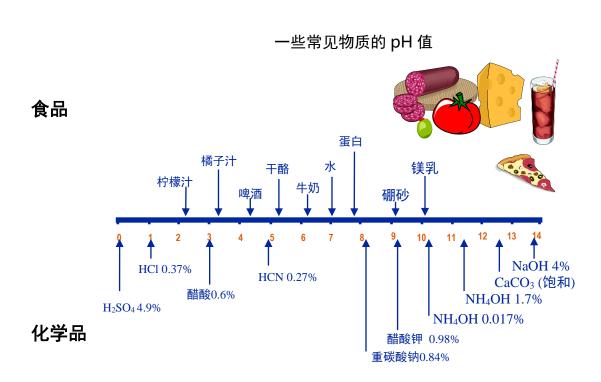
 $pH=-lg \alpha_{H}^{+}$

由于水溶液中氢离子活度的数值往往很小,在应用上很不方便,所以就用 pH 值这一概念来作为溶液酸性、中性和碱性的判断指标。而且, pH 值大小能够表示出溶液酸性、碱性的强弱,这样应用起来就十分方便,并由此得到:

中性溶液: $[H^+]=[OH^-]=1\times10^{-7} \text{ mol/L}$, $pH=-lg[H^+]=7$

酸性溶液: $[H^+]>[OH^-]$, $[H^+]>10^{-7}$ mol/L, pH<7, pH 值越小,表示酸性越强;碱性溶液: $[H^+]<[OH^-]$, $[H^+]<10^{-7}$ mol/L, pH>7, pH 值越大,表示碱性越强。

活度是有效浓度,即可以自由参与给定反应的那部分离子——也可以理解为达到电极敏感膜表面与之接触的那部分离子。由于溶液中离子间的相互作用,活度通常小于浓度,而这种相互作用也会阻碍离子的运动从而减少了到达电极膜的离子数量。



pH 电极的测量是利用原电池的输出电位和溶液的 pH 值成对应关系的特性。这个对应关系可以由 Nernst 方程表示:

E = Eo - 2.3 RT/F*pH

E = 测量电势

Eo = 标准电势

R = 气体常数

T = 绝对温度 (K)

F = 法拉第常数

2.3RT/F = 斜率

Nernst 方程是电化学中一个非常重要的关系式。在测量 pH 时,通过电极校准得到 E_0 (标准电势)和 2.3RT/F(斜率),然后测量样品得到 E(测量电势),带入方程计算得到样品的 pH 值。

2. 怎样辨别酸度计(也称 pH 计)故障 ?

酸度计无法校准或测量不稳定时, 应通过以下步骤进行检测:

(一)检查仪表功能

仪表出错的常见症状有:读数超出范围及读数不进行变化。请同时查阅该仪表的操作手册 中有关错误信息的章节

(1) 检查 pH 计显示屏是否显示读数。若不显示读数,请检查电源是否正常。

如无效、请联系梅特勒一托利多客户服务部。

(2) 将仪表切换至 mV 模式。使用随机赠送的短路插头插入 pH 输入口检查电位。读数约为 $0\pm 2mV$ 。

如读数仍超出范围,请联系梅特勒一托利多客户服务部。

(3) 使用 pH 模拟器并检查 pH 值分别为 $4.01 \times 7.00 \times 9.21$ 时的电位。大约应该得到 $+180 \text{mV} \times 0 \text{mV}$ 和 -130 mV 三个相应值。

如读数并不变化, 请联系梅特勒-托利多客户服务部。

如无 pH 模拟器,请联系梅特勒一托利多客户服务部。

上述步骤顺利操作,则可排除与仪表有关的问题。

(二)检查电极功能使用

(1) 在常温(25°C)下,测量缓冲液 4.01 和 7.00 的电位。您应该分别得到 180mV±20mV 和 0mV±20mV。

如果信号不变或超出预期范围,则电缆或电极有问题。

- (2) 如果电极含有温度探头,用测定冰水的温度,应该显示的读数为: $0\pm1^{\circ}$ C。如果信号不变,则温度探头有问题。
- (3) 更换电缆并重新操作上述两步骤。

如果步骤 1、2 成功,则原有电缆有问题。

如果步骤1不成功,则电极或电缆线有问题。

如无可更换电缆,请联系梅特勒一托利多客户服务部。

上述步骤顺利操作,则可排除与电极、电缆和温度探头有关的问题。

(三)检查电极性能

- (1) 按仪表操作手册校准电极。所得的零点及斜率值应符合电极的技术指标。
- 一般情况下,应获得下列数值:

零点: 0mV±20mV

斜率: 25°C时在-56mV/pH 和-59.2mV/pH 间(95~100%)

(2) 检查电极的响应时间。将电极浸入另一 pH 值的缓冲溶液并搅拌, 30 秒后检查电极的电位, 在随后的 30 秒内变化量不应超出 2mV。

上述两步骤不如预期般理想,则电极性能可能有问题。

上述步骤顺利操作,则可排除与 pH 电极性能有关的问题。

3. pH 的温度补偿与 25℃折算概念的区别 ?

pH 的温度补偿是将电极在标定温度下得到的斜率(2.3RT/F)和标准电势(E_o)带入 Nernst 公式计算,从而得到的当前温度下正确的 pH 值。

25°C折算,是将当前温度下的 pH 值,换算到假定其他条件不变,只是温度变化到 25°C的 pH 值。由于各种溶液的成份不一样,其 pH 值和温度的关系也不一样,故 pH 计要做到对任何溶液的 pH 值都折算到 25°C是不可能的。斜率函数是个与温度有关的函数,因此测量当前温度下的 pH 值其数据更为客观。

4. 为什么同一样品在两台 pH 计上测量的读数不同 ?

pH 测量的误差源于 pH 电极, pH 计主机,标准缓冲液的误差。由于两台 pH 计的校正条件不一样(如不同时间做的校正),造成测量值略有差异,因此要用同一缓冲液在同一时间里对两台 pH 计进行校正,然后再同时测定样品的 pH 值。

5. 为什么电极在不同样品中测量值不变 ?

可能有以下三种情况导致上述问题:

- (1) 电极没有真正连接到仪表上。先关机、然后将电极和仪表重新连接。
- (2) 电极损坏,请更换新的电极。
- (3) 仪表损坏,请更换或维修。
- 6. 什么原因导致同一样品的两次测量数据不同?

排除人为操作原因后,有两种情况会引起上述问题:

- (1)温度变化,导致测量的 pH 值有差异,请保持测量温度不变。
- (2)样品本身发生了化学反应,导致测量的 pH 值有差异,请尽快测量样品,并注意样品的保存条件。
- 7. 用 pH6.86 缓冲液校准后显示却为 7.00 的原因是什么 ?

选择了错误的缓冲液组别,需要重新设置正确的缓冲液组(参见仪表操作手册)。或者校准时缓冲液温度不是在 25° C。

8. 为什么新电极不能校准或数值不稳定?

这是可能由于电极敏感膜或凝胶内有气泡,导致电位变化异常,因此需要除去气泡,可用力向下甩电极(像甩体温计一样)赶走气泡,若平时不用时,可将电极竖直放置。 或电极敏感膜干放过久,需要放在 0.1mol/L 稀盐酸中进行活化。

9. 为什么电极测量值不稳定?

可能有两种情况会引起上述问题:

(1)电极选型不合适。

若测量缓冲液响应时间很短,但测量样品不稳定,说明电极不适合测量该被测样品(电极选型 参见附录 InLab 电极选型指南)。

(2)电极老化。

可以测试电极在缓冲液中的响应时间,若大于 1 分钟,需要对电极进行活化处理(0.1mol/L HCl 中浸泡过夜)或更换新电极。

10. 什么原因导致第二点校正出错或不能校正?

可能有三种情况会引起上述问题:

- (1) 中途退出了校正, 在校正过程中, 只要按 "Cal"键即可, 不要碰其它键, 否则可能退出校正程序(参见仪表操作手册)。
- (2)电极损坏,可以测试电极在不同的缓冲液中的电位,若电位没有变化或变化不正常,需要更换电极。
- (3)两种缓冲液的数值之差应该大于 1pH。
- 11. 为什么使用自定义缓冲液校正后会出错?

由于使用自定义缓冲液设置功能时,仪表不能自动识别缓冲液,因此校准时需要按设定缓冲液顺序进行。(参见仪表操作手册)

12. 国产 pH 计或其它品牌进口 pH 计能否与梅特勒-托利多 pH 电极连接使用 ?

梅特勒一托利多的复合 pH 电极大多数使用标准 BNC 接口,原则上可以与其它有标准 BNC 接口的 pH 计连用。但对于三合一电极,由于温度补偿制式和接口的多样性,一般不建议通用。

13. 校正斜率大于 105% 时该如何处理?

有三种情况会引起上述问题:

- (1)检查缓冲液是否已经过期或被污染。如过期,要更换新的缓冲液。
- (2)缓冲液选择是否正确。
- (3)缓冲液组设置错误,根据所使用的缓冲液,选择正确的缓冲液组(参见仪表操作手册)。

14. 为什么电极放在 pH7.00 的缓冲液中校正后, 读数没有显示为 7.00?

如果此时缓冲液温度在 20° C左右,校准后读数将显示为 7.02。由于缓冲液的 pH 值会随温度变化有小量变化,7.00 只是缓冲液在 25° C下的值,而缓冲液在 20° C时的值应为 7.02。梅特勒 -托利多的 pH 计能自动补偿温度对缓冲液的影响以保证测量精度。

25°C	1.68	2.00	4.00	4.01	6.86	7.00	9.18	9.21	10.01	11.00	12.46
5°C	1.67	2.02	4.00	4.01	6.95	7.09	9.39	9.45	10.25	11.72	13.21
10°C	1.67	2.01	4.00	4.00	6.92	7.06	9.33	9.38	10.18	11.54	13.01
15°C	1.67	2.00	4.00	4.00	6.90	7.04	9.28	9.32	10.12	11.36	12.82
20°C	1.68	2.00	4.00	4.00	6.88	7.02	9.23	9.26	10.06	11.18	12.64
30°C	1.68	1.99	4.01	4.01	6.85	6.99	9.14	9.16	9.97	10.82	12.29
35°C	1.69	1.99	4.02	4.02	6.84	6.98	9.11	9.11	9.93	10.64	12.13
40°C	1.69	1.98	4.03	4.03	6.84	6.97	9.07	9.06	9.89	10.46	11.98
45°C	1.70	1.98	4.04	4.04	6.83	6.97	9.04	9.03	9.86	10.28	11.83
50°C	1.71	1.98	4.06	4.06	6.83	6.97	9.02	8.99	9.83	10.10	11.70

梅特勒一托利多 pH 缓冲液随温度变化对应表

15. 如何使用电极支架?

使用电极支架进行测试是以前的测量方法带给我们的习惯。因为过去使用的电极都是测量电极和参比电极分开的,用二支电极进行测试,必然需要使用电极支架。现在一般都采用 pH 复合电极,使用电极支架,一方面是习惯使然,使测量比较轻松,同时对玻璃 pH 复合电极来讲不容易打碎。pH 复合电极浸入溶液后需要进行搅动以加速响应,尤其以塑壳 pH 电极来讲,需要排除电极球泡处保护罩空腔内的气泡,否则会响应缓慢甚至测试不准确。因此,使用电极支架进行测试时,可将盛溶液的烧杯轻轻摇动。

16. 如何根据不同的应用领域选择不同的 pH 电极杆 ?

选择合适的电极在分析过程中起到重要的作用,使用一个合适的电极有助于得到最佳测量结果。pH 电极电极杆主要有玻璃电极杆和塑料电极杆两种;玻璃电极杆电极主要适用于样品温度相对较高,或者样品具有一定粘稠度的领域,而塑料电极电极杆耐温性较玻璃电极差。但是在野外测量中,由于玻璃电极杆容易破损,一般建议选择塑料电极杆的电极。

17. 什么是指示电极?

对溶液中氢离子活度有响应,电极电位随之而变化的电极称之为pH指示电极或pH测量电极。

18. 什么是参比电极?

对溶液中氢离子活度无响应,具有已知和恒定的电极电位的电极称之为参比电极,参比电极 在测量电池中的作用是提供并保持一个固定的参比电势,因此对参比电极的要求是电势稳定, 温度系数小,有电流通过时极化电势小。

19. 什么是复合电极?

将 pH 玻璃电极和参比电极组合在一起的电极就称为 pH 复合电极。复合电极的最大优点是合二为一,使用方便。pH 复合电极的结构主要由电极球泡、支持杆、参比电极、参比溶液、外壳、液接界、电极帽、电极导线、接头等组成。

20. 什么是三合一电极?

将温度探头和复合电极组合在一起的电极就称为 三合一电极,用这种电极测量 pH 值的时候无需 连接单独的温度电极以进行温度补偿。



21. pH 电极怎样储存?

电极存储液最好与填充液保持一致,例如一支填充液为3mol/L KCl的电极应该存放3mol/L KCl溶液中;若填充液为3mol/L KCl饱和AgCl的电极,则应存放在3mol/L KCl饱和AgCl溶液中。电极不可长时间干放或浸泡在蒸馏水中,否则会缩短电极寿命。

22. 电极玻璃膜干涸应该怎么处理?

短时间干涸的玻璃膜可以通过将其浸泡在0.1mol/L稀盐酸中数小时使其重新恢复功能。 长期干涸的玻璃膜使用该方法也可能无法恢复。

23. 怎样添加电解液?

对于填充电解液,参比电解液应经常更换(如每两周更换一次), 这是由于电解液外流和受污所致。电极中电解液高度应高于样品溶液高度,并低于填液孔1cm。 如果电解液凝结而不能流出,将电极浸泡在热电解液(约 40° C~ 60° C)中几分钟即可。

24. 测量样品可否与电解液发生反应?

电解液和样品间不能有化学反应产生, 否则液络部会阻塞使电极不能继续工作。

25. 怎样清洁电极?

勿用纸巾用力摩擦玻璃膜。只需轻轻吸干水份!您可以用蘸有丙酮或肥皂水的脱脂棉去除玻璃膜表面油污。

26. 电极需多久校准一次 ?

电极的校准频率取决于电极的使用频率、样品性质以及测量精度等具体情况。建议每天校准 一次;最长不要超过每周一次校准。新更换的电极以及长时间不使用的电极,在使用前必须 先校准一次。

27. 怎样活化电极?

如果电极性能下降,可以通过将电极玻璃膜浸入电极再生液中1-2分钟(订货号51350104)使之再生。随后用去离子水仔细清洗!

如果电极玻璃膜损坏.则不能活化再生。

28. 电极上附着盐类沉积物怎么处理?

用蒸馏水清洗附着于表面的盐类沉积物。如果沉积物无法从表面清洗掉,请联系梅特勒一托 利多客户服务部。

29. pH 电极寿命有多长?

pH电极的寿命与测量样品的性质、样品温度及使用的频率、电极保养情况有关。在正常使用、正确保养的情况下,pH电极寿命为1年左右。

30. 怎样选择合适的 pH 缓冲液 ?

校准一个pH电极通常需要两种不同pH值的缓冲液,首先了解一下样品的pH值大致是多少,然后选择合适的缓冲液进行校准:一种比样品的pH值低的缓冲液,一种比样品pH值高的缓冲液。

标准类别	参比温度	缓冲液				
中国/JJG 119	25°C	1.680	4.003	6.864	9.182	12.460
MT(美国)	25°C	1.68	4.01	7.00	10.01	
MT(欧洲)	25°C	2.00	4.01	7.00	9.21	11.00
日本/IIS 7 8802	25°C	1 679	4.008	6.865	9 180	

常见的四种缓冲液组

31. 怎样使用清洗液清洁电极液络部?

(1)电极清洗液胃蛋白酶/HCI(订货号: 51350100)

当电极被用于测含有蛋白质的介质后,应该使用胃蛋白酶/HCl清洗液进行清洗,这是由于蛋白质能淤积在玻璃敏感膜和隔膜上,从而导致电极斜率的变化和/或隔膜电势的变化。

(2)隔膜清洗液硫脲/HCI(订货号: 51350102)

当Ag/AgCl参比电极用于测量含硫化物的样品后,应用隔膜清洗液硫脲/HCl清洗电极,这是由于 Ag_2S 沉淀会在隔膜上形成黑色斑点,从而影响测量结果的准确性。

32. 3mol/L KCl/AgCl 溶液与 3mol/L KCl 溶液有什么区别 ?

3mol/L KCl/AgCl(订货号: 51350074) 是用 AgCl 饱和的 KCl 溶液。由于 pH 电极的参比电极由 Ag/AgCl 构成,在溶液中存在着如下动态平衡: AgCl →Ag⁺+Cl⁻,增加溶液中的 Cl⁻和 Ag⁺,可以使平衡向左移动,防止 AgCl 溶解,从而起到保护参比电极的作用。

33. 梅特勒一托利多缓冲液标准液的保质期有多久?

2.00/4.01/7.00/9.21/10.00pH 缓冲液和 1413μ S/cm、12.88mS/cm 电导率标准液的保质期均为 2年;三位精度的 pH 缓冲液、 84μ S/cm 电导率标准液保质期为 1 年。该有效期是指未开封使用状态下的保存期。一旦开封使用,由于空气中霉菌的作用,溶液较易变质。

注意:已使用过的溶液,千万不能倒回原装瓶中!溶液开封后,请常温密封保存。

- 34. 如何获得 pH 缓冲液和电导标准液的 MSDS(物质安全数据表)及质量证书?
- (1)MSDS 获取方法:

网站: www.mt.com/msds

选择相应溶液的证书(PDF格式)即可。

(2)质量证书获取方法:

网站: www.mt.com/buffer

输入溶液的 LOT 编号,即可生成一张该溶液的质量证书(PDF 格式)。

10μS/cm、84μS/cm、500μS/cm 电导标准液和离子标准液(订货号 51344770~51344871)的质量证书和 MSDS 证书可在 www.reagecon.com 下载。

若溶液的 MSDS 或质量证书无法通过上述方法获得,用户可通过销售与咨询热线 4008-878-788 获得。

- 35. 怎样根据测试溶液选择合适的电极填充液 ?
- (1) 含有有机溶剂的样品 建议选用 1MLiCl 乙醇作为填充液
- (2) 溶于水的无机样品

建议选用 3mol/L KCI(订货号: 51350072)或 Friscdyt-B 填充液(订货号: 51350076)

- 36. 当 pH 校准时斜率建议选择线性还是分段?
- 2点校准无所谓分段和线性,2点以上建议选择分段。
- 37. 分段校准时某一分段斜率不通过,但是线性斜率通过,那么这一整段校准算通过吗?

分段校准某一段不通过,如果测试样品 pH 范围不在该段内,可以正常进行测量

如果改为线性,线性斜率通过,可以认为整个线性范围内是合格的 无论选择线性还是分段,校准完成后应先确认斜率和零电位是否在 SOP 要求范围内,建议再增加标液的验证,标液的验证范围是标液标准值±0.05 范围内。

38. 终点标准建议选择严格、标准、快速?不同终点标准对最终测量的 pH 值有差异吗?

终点标准建议选择标准。

不同终点标准对标液的测量值的影响可以认为已经包含在±0.05 误差范围内,对样品的测量值影响无法评估。

39. 当 ph 电极参比液加液孔或电极底端有盐结晶时,该如何清洁?

加液孔或者电极底端可以理解为电极外部,有结晶是直接用去离子水冲洗干净即可。 如果是电极内部有结晶,部分电极可以通过更换电极参比液的方式去除。

40. 频繁用于测含蛋白样品的 ph 电极, 建议定期用盐酸和消毒剂活化该电极吗?

测试含蛋白质样品的 pH 电极,如果液络部是陶瓷砂芯的,比如 Inlab Routine Pro 电极,建议定期用盐酸/胃蛋白酶清洗液进行清洗。 具体时间可以根据样品量自行定义。



二. 离子浓度测量常见疑难问题

1. 什么是离子选择性电极 ? 有哪些应用领域 ?

离子选择性电极是一种简单、迅速、能用于有色和混浊 溶液的非破坏性分析工具,一般不需要进行化学分离, 它不要求复杂的仪器,可以分辨不同离子的存在形式, 所以十分适用于野外分析和现场自动连续检测。

离子选择性电极的分析对象十分广泛,它成功地应用于环境检测、水质和土壤分析、临床化验、海洋考察、工业流程控制以及地质、冶金、农业、食品和药物分析等领域。



各行业离子电极应用

土壤	硝酸根,钙,钠,钾,溴,氯,氨氮,氟,硼
动物饲料	氨氮,钙,钠,钾,碘,氯,氟,硝酸根
植物组织	硝酸根, 氯, 氟, 碘, 氰, 钙, 钠, 钾
肥料	氨氮,氟,钾
水产养殖	氨, 硝酸根
生物培养基	钙,二氧化碳,氨氮
医学牙釉	钙,氟
加工过地肉类/鱼类	氯,硝酸根,氟
牛奶/乳制品	氯,氟,碘
软饮料/果汁	氯,氟,二氧化碳
葡萄酒/啤酒/运动饮料	钾,钠,二氧化碳,氟,溴,钙
蔬菜	罐头中的硝酸盐,冲洗水中的氯
地质/矿山	钙,氟
冶金/电镀	氟,铝,铜,氟硼酸盐,硝酸盐,氯
造纸	钠,氯,钙,硫
制药	维生素和牙膏中的氟
污水处理	硝酸根
蒸汽和电力	氯,钠,钙,氨
饮用水	硝酸根,氯,氟
自然水	溴,钙,氯,氟,硝酸根,钾,钠,银
海水	钠, 氯, 氟, 硝酸根, 氨氮

2. 如何在 pH 计的 mV 模式测量离子浓度 ?

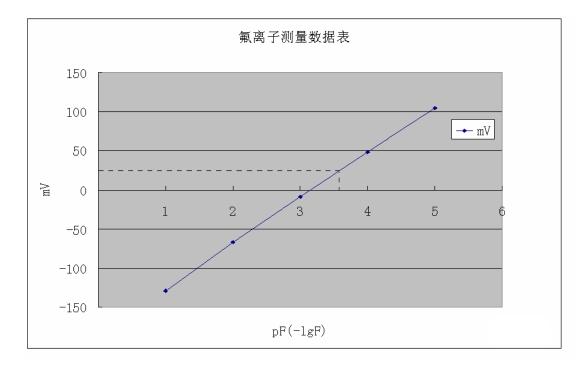
现以氟离子的测量为例,其它离子的测量方法与其完全相同。pH 计连接氟离子电极和参比电极(参比液为 1 mol/L KNO_3),测量至少两种标准浓度的溶液和被测样品溶液的 mV 值,通过曲线法或计算法(可使用计算器或 Excel 软件),可计算出氟离子浓度。

举例:测量氟离子浓度(曲线法)

(1) 校准浓度:

测量标准液时,浓度由低至高的顺序进行测量。

浓度/ppm	电位/mV	斜率/%
10 ⁻⁵	106.8	
10-4	48.2	99.1
10-3	-9.5	97.5
10-2	-67	97.2
10-1	-126.1	99.9



(2)样品浓度

测量样品的电位: 25mV

通过作图法得到样品浓度为 2.51x10⁻⁴ ppm

- 3. 测量离子浓度前需要做哪些准备?
- (1) 离子测量前,要尽可能先查阅相关的技术文献,选择正确的离子测量方法、离子浓度计和电极。
- (2) 由于各种浓度的成分不一样,离子价态也不一样,其温度系数也不一样,故测量仪要做到对任何溶液都做出温度补偿那是办不到的,在进行离子浓度的精确测量时,需要将离子标准液和样品温度调节到同一温度。
- (3) 离子浓度的测量,需要配相应的离子强度调节剂和标准液。
- 4. 为何要使用离子强度调节剂?

离子强度调节剂可以加入到样品和标准液中以平衡不同离子的影响。在一些情况下,它就可以消除其他离子的干扰影响,使测量结果达到最佳。(参见离子电极说明书)

5. 应该怎么选择正确的参比电极?

不同的离子电极需要选择不同的参比电极,通常可以更换参比电极中不同的填充液来实现。 参比电极出厂时填充为3mol/L KCl溶液

F ⁻	1mol/L KNO₃溶液
Cl ⁻	1mol/L KNO3溶液
Na ⁺	0.1mol/L NH4Cl 溶液
\mathbf{K}^{+}	0.9mol/L Al ₂ (SO ₄₎₃ 溶液
NH ₄ ⁺	0.9mol/L Al ₂ (SO ₄₎₃ 溶液
NO ₃ -	0.9mol/L Al ₂ (SO ₄₎₃ 溶液

常见离子电极参比液

6. 什么原因导致标准曲线的线性很差?

其中两种最常见的原因是:

- (1)配制标准液时,试剂量计算错误引起浓度不达标准,请准确配制标准溶液;
- (2)逐级稀释的标准液的浓度的对数不成比例,请准确配制标准溶液。
- 7. 为什么离子计校准时出错?

原因:

- (1)没有按设置的标准液顺序校准;
- (2)参比电极填充液选择错误;
- (3)电极与仪表连接错误;

解决:

- (1)按浓度由低到高的顺序重新设置校准点,然后按设置的顺序依次校准;
- (2)参照离子电极说明书,选择正确填充液;

- (3)参比电极与离子电极连接在同一通道中。
- 8. 离子电极使用时无响应的原因是什么?

有两种原因导致上述问题:

离子电极内参比液没有填充,可通过旋开离子电极头部,补充填充液; 离子电极内有气泡,可用力向下甩赶走气泡。

9. 为什么离子计测量电位显示为 0mV?

电极未与仪表连接,请重新连接仪表与电极。

10. 为什么读数时电位不稳定?

有以下三种情况引起上述问题:

- (1)电极与仪表之间接触不良,重新连接仪表与电极;
- (2)电极使用已久,需更换;
- (3)溶液分布不均匀,应该用磁力搅拌器搅拌。
- 11. 测量数值误差不在正常范围内原因是什么?

有以下三种情况引起上述问题:

- (1)沿用旧的校准数据, 跟现场测量的条件不符, 建议重新校准;
- (2)测量的离子受到严重干扰,或不在适合的pH值下进行测量;
- (3)电极使用已久,需更换。
- 12. 离子选择性电极测量技术中干扰意味着什么?

选择性是指电极对被测离子和共存干扰离子响应程度的差异,这就意味着离子选择性电极并 非是只对某种离子有效,它们都会在一定程度上对其它一些离子产生一定的干扰,这将会导 致测量结果产生误差。

13. 离子电极与参比电极应怎样存放?

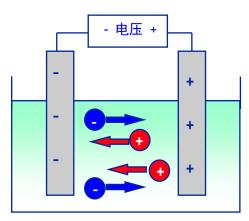
离子电极长期不用时需冲洗干净,盖好电极帽,干燥保存。若经常使用可保存在0.001mol/L 该离子稀溶液中。参比电极不使用时盖上保湿帽保存即可。

三. 电导率测量常见疑难问题

1. 什么是电导率 ? 有哪些应用领域 ?

电导率:用来衡量溶液的导电能力大小。

由于溶液中含有各种溶解盐类,并以离子形式存在。当溶液中插入电极时,通电之后,在电场的作用下,带电的离子就产生一定方向的移动。溶液的导电能力的强弱程度,就称为电导率。



在溶液中离子移动

现在进口品牌的电导率仪大多数都可以测量TDS、Salt(盐度)、电阻率,下面进行简单介绍:

(1)TDS指可透过孔径为0.45微米的过滤器的溶解固体浓度,一般包括以下物质:碳酸盐、碳酸氢盐、氯化物、硫酸盐、磷酸盐、硝酸盐、钙、镁、钠、有机离子和其他离子。

因为特定离子的浓度对有机体非常重要,所以TDS通常被看作水中生命的重要数量指标。如果数值太高或太低,都不可能有生命。TDS还被用来确定饮用水的质量。

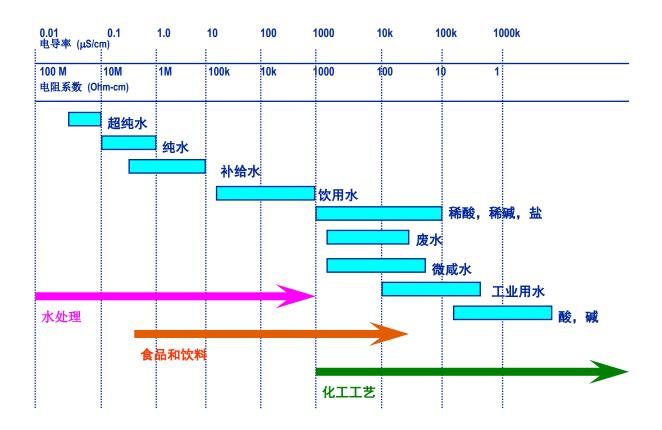
TDS呈线性表现且与样品的电导率成正比, 比例称为TDS因子。固体因子可根据不同样品在 0.4~1.0(经验值)之间设置。

TDS (mg/l) = 电导率值 (μS/cm) x TDS因子。

- (2)Salt(盐度)指单位质量的海水中有机物全部被氧化,碳酸盐转化为氧化物,卤化物全部转成 氯化物后干燥固体的质量。随着盐度的测定方法的变化和改进,在实际应用中引入了相应的 盐度定义。梅特勒一托利多仪表采用了实用盐度标准 1978 和自然海水测量标准 1966。
- (3)电阻率指衡量物质导电性能好坏的一个物理量,是电导率的倒数。 应用领域:造纸,化工炼油,水厂和污水厂,冶金和采矿,医药行业,食品和饮料,电厂, 半导体等等。

2. 怎样选择电导电极?

电导率测量范围取决于电导电极的电极常数,建议根据被测溶液的性质和电导率范围选择相应的电导电极。



电极型号	测量范围	温度
InLab710	10μS/cm~500mS/cm	0~100℃
InLab720	0.1μS/cm~500μS/cm	0~100℃
InLab731	10μS/cm~1000mS/cm	0~100℃
InLab741	0.001μS/cm~500μS/cm	0~100℃
InLab Trace	0.0001μS/cm~1000μS/cm	0~100°C

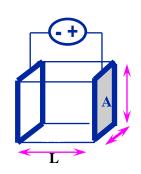
3. 什么是电极常数?

在测量过程中,电导电极两个极板间有效面积和有效距离的比率,一般设计值为理论值,而每支电导电极的实际电导常数必须通过标准液校正得到。

电极常数(Cell Constant)=L/A

L: 两块金属板间距离

A: 金属板有效面积



4. 电导率温度补偿的意义 ? 电导率仪中的温度系数有什么作用 ?

电导率温度补偿是指将测量值补偿换算到参比温度(20/25°C)下的电导率值。溶液的电导率值随温度变化而变化,电导率仪可以根据温度系数对溶液进行补偿。

出厂设置为2%,一般不需要改变。

温度系数设置为 0,则仪表不进行温度补偿,即显示值为当前温度下的电导率值。

举例:参比温度 25° C,样品温度为 32° C,温度补偿系数为 2%,测量结果显示为样品 25° C时的电导率值。

若温度补偿系数为 0. 上述测量结果显示为样品 32℃时的电导率。

5. 为什么电导率仪测量值与经验值相差很大?

由于标准液设置错误或校正后没有储存校正数据。电导率仪采用一点校准方式,校准前必须在仪表中正确设置校准液(参见仪表操作手册)。若出现测量值相差很大的情况,可以观察电极常数以确定校准是否正确。电极常数参考值: InLab710 约为 0.6; InLab720 约为 0.06; InLab731 约为 0.57; InLab741 约为 0.105; InLab Trace 约为 0.01。

6. 为什么在 1413 μS/cm 标准液中校准时, 读数没有锁定在 1413 μS/cm?

标准溶液温度不是 25 °C, 1413 μS/cm 是该标准液 25 °C 时的电导率值,当温度偏离 25 °C 时, 仪表会自动计算并校正到实际温度下的电导率值。

T (°C)	10μS/cm	84μS/cm	50μS/cm	1413μS/cm	12.88 mS/cm	饱和氯化钠 mS/cm
5	6.13	53.02	315.3	896	8.22	155.5
10	7.10	60.34	359.6	1020	9.33	177.9
15	7.95	67.61	402.9	1147	10.48	201.5
20	8.97	75.80	451.5	1278	11.67	226.0
25	10.00	84.00	500.0	1413	12.88	251.3
30	11.03	92.19	548.5	1552	14.12	277.4
35	12.14	100.92	602.5	1667	15.39	304.1

电导率标准液组

7. 有时插入电极后,测量值一直显示为零?

由于电极没有完全和仪表连接好。这时要先关机,然后把电极拔出,重新安装。

8. 为什么电导率仪测量时读数不稳定?

电导率仪测量时,需要把电导电极的金属环/片全部浸没在液面以下,否则就会造成测量读数跳动。

9. 为什么测量超纯水时, InLab741 和 InLab Trace 电极要与流通池连用?

由于超纯水的电导率非常低,空气中的干扰物质(如二氧化碳)会影响超纯水的测量结果。而使用流通池可以屏蔽这些干扰物质对样品的干扰。

注意测量时要控制样品的流速(不超过 10 毫升/分钟), 流速太快会导致气泡产生, 影响测量结果。

10. 校准和测量电导率时,需要控制其温度在25±0.5℃吗?

不需要,温度稳定就可以。



InLab741 电极与流通池

InLab Trace 电极与专用流通池



四. 溶氧测量常见疑难问题

1. 什么是溶解氧 ? 覆膜法和光学法溶解氧测量原理分别是什么 ?

溶解氧(DO)是指溶解在水中的分子氧,以每升水中所含氧的毫克数来表示。

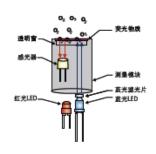
覆膜法溶氧电极是由阴极和阳极及电解液组成,氧通过膜扩散进入电解液与阴极和阳极构成测量回路。当给溶氧电极加上极化电压时,氧通过膜扩散,阴极接收电子,阳极释放电子,产生电流。

整个反应过程为:

阳极 Ag → Ag++ e-

阴极 $O_2 + 2H_2O + 4e \rightarrow 4OH^-$

采用光学法溶解氧技术的传感器表面覆盖有一层荧光物质,从 LED 光源发出的蓝光照射到传感器表面, 荧光物质受激发释放出红光。水中的氧气浓度越高, 红光释放的时间越短, 仪器测定发出蓝光到释放出红光的时间即可计算出溶解氧浓度。



2. 哪些因素影响溶解氫测量?

氧的溶解度取决于温度、压力和水中溶解的盐,另外氧通过溶液扩散比通过膜扩散快,如流速太慢会产生干扰。

(1)温度的影响

由于温度变化,膜的扩散系数和氧的溶解度都将发生变化,直接影响到溶氧电极电流输出, 常采用热敏电阻来消除温度的影响。温度上升,扩散系数增加,溶解度反而减小。

(2)大气压的影响

根据Henry 定律,气体的溶解度与其分压成正比。氧分压与该地区的海拔高度有关,高原地区和平原地区的差可达20%,使用前必须根据当地大气压进行补偿。有些仪表内部配有气压表,在标定时可自动进行校正;有些仪表未配置气压表,在标定时要根据当地气象站提供的数据进行设置,如果数据有误,将导致较大的测量误差。

(3)溶液中含盐量

盐水中的溶解氧明显低于自来水中的溶解氧,为了准确测量,必须考虑含盐量对溶解氧的影响。在温度不变的情况下,盐含量每增加100mg/L,溶解氧降低约1%。如果仪表在标定时使用的溶液的含盐量低,而实际测量的溶液的含盐量高,也会导致误差。在实际使用中必须对测量介质的含盐量进行分析,以便准确测量及正确补偿。

(4)样品的流速

氧通过膜扩散比通过样品进行扩散要慢,必须保证电极膜与溶液完全接触。对于流通式检测 方式,溶液中的氧会向流通池内扩散,使靠近膜的溶液中的氧损失,产生扩散干扰,影响测 量。为了测量准确,应增加流过膜的溶液的流量来补偿扩散失去的氧,样品的最小流速为0.3m/s。

- 3. 覆膜极谱法溶氧电极(InLab 605)校准前需要做什么处理?
- (1) 将溶氧电极连接在主机上, 装载电池无需开机, 极化至少 6 小时;
- (2) 检查电极电解液是否干涸或电极膜受到污染,若出现上述问题,请添加电解液或更换电极膜。
- 4. 溶氢电极怎么保养?

为了防止电极被污染,每次测量之后必**须**用去离子水清洗 InLab 605 电极,然后干燥保存。 InLab OptiOx 溶解氧传感器应用去离子水冲洗, 然后存放在含有去离子水的烧杯或校准管中, 清洗或保存时请勿拆下溶解氧测量模块。

5. 溶氧仪显示数值不合理应该怎样处理?

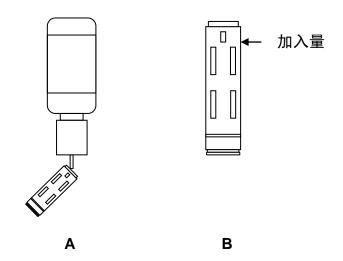
电极没有进行校准,请重新进行校准(参见仪表操作手册)。

6. 为什么覆膜极谱法溶氧仪显示值为零?

有以下几种情况:

- (1)电极与仪表未连接,建议将电极连接仪表进行至少6小时极化;
- (2)电解液干涸,建议添加电解液;
- (3)电缆线损坏,接触不良,请更换电极。
- 7. 什么时候需要更换覆膜极谱法溶解氧电极电解液 ?
- (1)电极长时间没有使用(一般三个月以上)
- (2)使用一年后电解液变质(常温校正时电流远偏离 80nA)
- 8. 怎样更换电解液?
- (1) 将膜内的残余电解液倒掉,用去离子水清洗膜体内部,并用滤纸吸干膜体内去离子水;
- (2) 将膜体倾斜, 电解液瓶垂直向下, 如图 A 所示;
- (3) 轻轻挤压电解液瓶, 使电解液逐滴注入膜体内;
- (4) 电解液加入量参见图 B;
- (5) 确认膜体内部没有气泡,如有气泡可轻弹膜体,排除气泡;

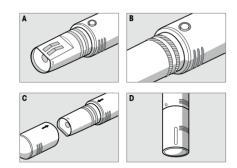
(6) 将膜体缓慢的旋转套入内电极上,再小心地旋紧膜套管。



- 9. 什么时候需要更换覆膜极谱法溶解氧电极溶氧膜?
- (1)膜片机械损伤;
- (2)响应时间很长, 甚至无法校准;
- (3)长时间使用后的老化(常温校正时电流远偏离 80nA)。
- 10. 怎样更换覆膜极谱法溶解氧电极溶氧膜?
- (1) 将电极与电缆断开;
- (2) 旋开电极颈部的外加套筒,并小心地将其从电极上抽出;
- (3) 从电极的内体上抽出膜体。如膜体被夹卡在颈部套筒中时,则可用手指尖的平滑面将其按出:
- (4) 用去离子水和柔软的纸巾清洁和干燥电极的内体;
- (5) 检查 0 形圈是否有机械性损坏, 若已有损坏, 则要将其替换;
- (6) 膜体的一半要被侵入在氧电解液中,并且此时要注意膜体处不能有气泡存在。小心敲击膜体的侧面即可清除气泡;
- (7) 将膜体呈垂直位推至电极的内体上。多余的电解液被挤出,此时需用纸巾将其除去;
- (8) 小心地将外加套筒推过已安装好的膜体,并将其旋紧。此时所使用的外加套筒必须是清洁和干燥的。



- 11. 怎样更换光学法溶氧仪 OptiOx 传感器的测量模块?
- (1) 拆下 OptiOx 传感器末端的运输防护套。 见图 A。
- (2) 确保 OptiOx 传感器的两个 O 形环位置正确。见 图 B。
- (3) 让 OptiOx 模块上的箭头和 OptiOx 传感器上的箭头保持在一条直线上。见图 C。
- (4) 将 OptiOx 模块压向 OptiOx 传感器 ,直到模块 与传感器牢固连接。见图 D。



提示:

- 1. 请勿转动测量模块。安装后切勿拆除测量模块,除非模块需要更换。
- 2. OptiOx 传感器包含一个内置时钟, 为新传感器模块的 365 天使用寿命进行倒计时。一旦安装好测量模块、传感器连接在仪表上并进行第一次测量, 倒计时即刻开始。进行第一次测量后, 就无法撤消这一过程了。



附录(一)pH 电极选型指南

样品类型	电极型号	订货号	需配电缆
乳状液、悬浮液等水性溶液样品	InLab Expert Pro 常规样品电极	51343101	
离子浓度较低溶液或粘稠溶液,如: 自来水、啤酒、果酱、奶制品、糖水、 油漆涂料等	InLab Science 低离子浓度样 品电极	51343070	30281915
强酸/碱溶液和含硫介质等	InLab Routine Pro 强酸强碱样品电极	51343054	30281896
锅炉水、注射用水、饮用水以及超纯水	InLab Pure Pro-ISM 超纯水电 极	51344172	30281896
乳酪、肉类、鱼、土壤等固体样品	InLab Solids 固体/半固体样品 电极	51343153	30281915
低温样品、纯水以及超纯水	InLab Cool 低温样品电极	51343174	30281915
含氟化氢 HF 介质的溶液	InLab Hydrofluoric 抗HF电极	51343176	30281915
纸张、纺织品、皮肤、墙面涂料	InLab Surface 平面样品电极	51343157	30281915
离心管、PCR 管内的微量样品,以及 血清等	InLab Micro 微量样品电极	51343160	30281915
较深容器中的样品	InLab® Reach Pro-425	51343061	30281896
高温样品,各种粘稠、悬浮、油性样品,如胶水、油漆、果酱、奶油、牛奶、土壤悬浮液、乳状液等	InLab Power Pro-ISM 粘稠电 极	51344211	30281896
粘稠样品,如:各种膏霜类化妆品、 洗发水、沐浴露、染发剂、奶酪、果 酱、油漆涂料等	InLab Viscous 高粘稠样品电 极	51343150	30281915
离子敏场效应(ISFET)pH 值的测量	InLab 490 三合一电极	51302305	

附录(二)新旧酸度计产品对应表

便携式	仪表	台式仪	表
现销售型号	旧型号	现销售型号	旧型号
S2	LP115, SG2	FE28	Delta320, FE20
S3	LC116, SG3	FE38	Delta326, FE30
S8 或 S2	MP120, SG8 或 SG2	S220/S210	MP220
S8	MP125, SG8	S400/S220/S210	MP225
S4/S9	MO128, SG6/SG9	S400	MP230
S7	MC126, SG7	S230	MC226
S8	MA130, SG8	S500	MA235
SG23/SG68/SG78/SG98	X-mate	S400	MI229
	MI129,	S700	MPC227
		S220/S210	S20/S20P
		S230	S30
		SevenExcellence (S400/S500/S700/S470)	SevenMulti(S40)

附录(三)选配件

_型号	订货号
3M KCI(9823)溶液 1 瓶 x 250mL	51350072
3M KCI 溶液含 AgCL(9811)溶液 1 瓶 x 250mL	51350074
FriscoLyt-B 电解液(9848)1 瓶×250mL	51350076
1mol/L LiCI 的乙醇溶液 6x30mL	51350088
胃蛋白酶/盐酸清洗液 1 瓶 x250mL	51350100
电极活化液 25mL	51350104
电极隔膜清洗液,硫脲溶液(清除硫化银污染)	51350102
2.00pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350002
4.01pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350004
7.00pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350006
9.21pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350008
10.00pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350010
4.01pH 缓冲液 30 袋 x20mL	51302069
7.00pH 缓冲液 30 袋 x20mL	51302047
9.21pH 缓冲液 30 袋 x20mL	51302070
4.01/7.00/9.21pH 缓冲液各 10 袋 x20mL	51302068
10.01pH 缓冲液 30 袋 x20mL	51302079
4.006pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350052
6.865pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350054
9.180pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350056
10.012pH 缓冲液 1 瓶 x250mL	51350058
84 μ S/cm 电导仪标准液 1 瓶 x250mL	51302153
1413 μ S/cm 电导仪标准液 1 瓶 x250mL	51350092
12.88mS/cm 电导仪标准液 1 瓶 x250mL	51350094
1413 μ S/cm 电导仪标准液 30 袋 x20mL	51302049
12.88mS/cm 电导仪标准液 30 袋 x20mL	51302050

12111252C

梅特勒一托利多仪器(上海)有限公司 中国印刷 2018/09 Ver.C

上海市桂平路 589 号 邮编: 200233

电话: 021-64850435 传真: 021-64853551

http://www.mtchina.com