



使用安捷伦 pH 测量仪测定低电导率水样的 pH 值

技术概述

测量低电导率水样通常会表现出 pH 响应速度缓慢、漂移、电极噪声以及较差的重现性。这是由较差的导电性、不稳定的液体接界、对二氧化碳的吸收和其他因素造成的。纯水很容易被污染，因此在敞开的容器中测量 pH 值很容易受二氧化碳吸收的影响，使得 pH 值降低，所以相关国际标准要求 pH 测量应该在密闭容器中进行 [1]。

本技术概述介绍了一种使用安捷伦 pH 测量仪和电极在密闭容器中测量低电导率水样 pH 值的简单方法。安捷伦电化学测量仪和电极均采用易于操作的设计，即使是非专业人员操作，也能在尽可能最短的时间内获得最可靠的数据，有效克服这一测量低电导率水样 pH 值的主要问题。



材料

测量仪： Agilent 3200P pH 测量仪（部件号 G4383A），
Agilent 3200I 离子测量仪（部件号 G4386A），
或 Agilent 3200M 多参数分析仪
（部件号 G4387A）

支架： Agilent 3200EA 电极支架（部件号 G4389A）

搅拌器： Agilent 3200SA（部件号 G4388A）

电极： P3111 pH 电极（部件号 5190-3991），
R8111 参比电极（部件号 5190-4003）
T7111 ATC 温度电极（部件号 5190-3998）

缓冲液： pH 缓冲液包（部件号 5190-0533）

测量模式： 自动锁定

样品： 实验室水纯化系统制得的纯水

pH 值在 7 秒内的变化不会超过 0.002 pH (0.12 mV)（通过数次测试获得）。

校准

校准过程如下：

1. 采用去离子水将电极冲洗干净
2. 按下“**Calibrate**”按钮，再按下“**Enter**”按钮
3. 干燥电极，将其置于 pH 4.01 的缓冲液中。此时读数应为 177 ± 30 mV
4. 当显示稳定时，按“**Enter**”按钮
5. 取下电极，用去离子水冲洗，然后将其置于 pH 为 10.01 的缓冲液中。此时读数应为 -178 ± 30 mV，与 pH 为 4.01 时的电势相差 330 到 360 mV。斜率应该大于 90%
6. 取下电极，用去离子水冲洗，然后将其置于 pH 为 7.00 的缓冲液中。如果 pH 值显示为 7.00 ± 0.1 ，则表示可以使用该电极

下一步是准备样品瓶。取 4 个 500 mL 塑料试剂瓶，用去离子水冲洗。然后将水管插入瓶中，加水至其溢出为止。使用塑料瓶塞和顶盖封口。将样品静置 20 分钟至温度稳定。

欲检测 pH 值，将电极插入样品中并在此密闭容器中进行测量（如图 1 所示）。不要多次使用相同的样品。一天测量 2 次样品以保证数据的准确性。



图 1. 实验装置图，pH 电极和参比电极置于密封容器的纯水样品中

典型结果

表 1 显示了样品缓冲液读数，图 2 显示了低电导率水样的四个样品在测量过程中 pH 值的变化。结果列于表 2 中。

表 1. 使用安捷伦 pH 测量仪/电极组合测量四种纯水样品的 pH 值及稳定时间

温度 (°C)	缓冲液, pH 4.01		缓冲液, pH 10.01		斜率	缓冲液, pH 7.00		测得的 pH 值
	mV	稳定时间 (s)	mV	稳定时间 (s)		mV	稳定时间 (s)	
24.8	184.3	29	-160.8	33	97.23	6.8	30	7.010

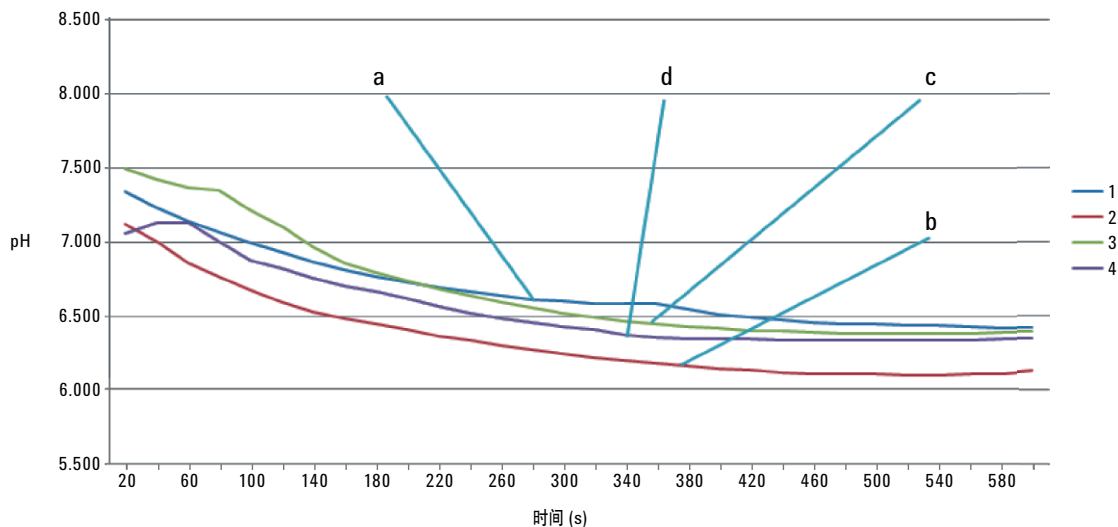


图 2. 测量中四种纯水样品 pH 值的变化

表 2. 测量中四种纯水样品 pH 值的变化

样品	pH	稳定时间 (s)	ΔpH^*
a	6.601	280	0.183
b	6.270	373	0.035
c	6.450	348	0.055
d	6.384	338	0.143

* ΔpH 指的是 pH 测量仪稳定时的 pH 值与 600 秒后的 pH 值的差值

从图 2 可以明显看出，在 300 到 360 秒间的 pH 读数基本稳定，因此纯水的稳定时间很短。四个样品间 pH 值的差别很小，最大相差 0.3。电极的重现性良好。pH 读数在初期快速下降之后，读数的变化会减慢，因此能更容易判断出合适的自动终点条件。

结论

安捷伦导电率测量仪/pH 电极/参比电极组合在测量纯水时具有较短的稳定时间和良好的重现性。使用自动锁定模式，可在大约 300 秒内获得误差小于 0.1 pH 的稳定值，缩短了等待时间。

低电导率水样极易被污染，因此其 pH 值测量比较困难，该测试结果已着实令人满意。但是，测试其他常规样品时的稳定性、重现性和准确性会有所不同，因此从纯水和“正常”水中得到的结果不具备可比性。

我们建议在密封条件下测量纯水的 pH 值，而且样品不应在测量前储存过久。如果 pH 值随时间变化很大，应测量另一个样品。

如果电极中的陶瓷-液体接界受到压力，会导致读数不准，因此顶盖不应向下拧得太紧。如有必要，应多次测量，除去异常值，然后将剩余的 pH 值取平均数，以得到更准确的结果。

参考文献

1. ASTM. Standard Test Method for pH Measurement of Water of Low Conductivity. ASTM D5464 – 11. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA (2011).

附录

美国国家标准技术研究院 (NIST) 缓冲液不同温度下的 pH 值。

温度 (°C)	NIST 缓冲液的 pH 值		
	4.01	7.00	10.01
10	4.001	7.058	10.179
15	4.001	7.035	10.118
20	4.003	7.015	10.063
25	4.01	7.00	10.01
30	4.015	6.980	9.968
35	4.023	6.979	9.926
40	4.024	6.973	-

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013
中国印制
2013 年 7 月 19 日
5991-2801CHCN