



复合铵根离子电极说明书

电极说明书可以帮助您正确使用和维护电极，并对可能出现的问题进行了详细解答。请仔细阅读并妥善保管。

奥豪斯仪器（常州）有限公司
常州市河海西路 538 号 22 号楼
邮编：213125
400-821-7188
www.ohaus.com



* 3 0 0 8 7 4 2 4 *

P/N 30087424 C © 2016 Ohaus Corporation, All rights reserved.

目录

1. 简介与订货信息	1
2. 电极参数与特性	1
2.1 电极参数	1
2.2 电极特性	2
3. 电极使用操作	4
3.1 实验所需设备与溶液	4
3.2 电极准备	5
3.3 检查电极性能	5
3.4 样品要求与测量	6
3.5 保存与维护	8
4. 常见问题.....	9

1. 简介与订货信息

铵根离子电极是一种 PVC 膜的离子选择电极，用于测试水中游离的铵根离子，能够做到简单、准确和经济。适用于硝酸、化肥等试样中铵根离子的测定。

铵根离子复合电极包括了参比电极，测量时无需单独的参比电极。

电极型号	订货号	电极描述
STISE27	30087557	凝胶复合铵根离子电极

2. 电极参数与特性

2.1 电极参数

接口：	BNC
温度范围：	0~50°C
参比电极：	凝胶
电缆长度：	1m
电极杆长度：	120 mm
电极杆直径：	12 mm
电极膜材料：	PVC 膜
电极电阻：	1~4 MΩ
重复性：	±4%
pH 范围	4~10
测量范围：	1M~5x10 ⁻⁶ M (18,000~0.1 ppm as N)
最少样品体积：	50ml 烧杯中 5ml 以上

* 产品技术规格更改，恕不另行通知

2.2 电极特性

1. 电极响应时间

电极的响应时间指达到稳定电位值 99%所需的时间，此时间根据样品溶液浓度的大小而不同。

当由低浓度到高浓度检测时，响应时间约 1 分钟；当由高浓度到低浓度检测时，一般需时几分钟或更长。

1) 重复性

检测的重复性受到温度波动、漂移和噪声等因素的影响。在电极工作范围内，重复性与浓度无关。

若每小时校准一次，电极直接测量重复性约 $\pm 4\%$ 。

2) 电极寿命

常规实验操作，每个敏感部件可以使用大约 3~6 个月，敏感部件（电极膜）的实际寿命由所测试样品类型所决定。当电极的斜率下降，读数漂移，表示需要更换电极了。更换前，参考问题解答章节，确认敏感部件造成了电极的故障。

3) 温度影响

温度的变化会影响电极的电位，所以样品和标准液之间的温差不能超过 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

测量氟离子 10^{-3} mol/L 的样品时，温度每变化 1°C 将会造成 2% 的测量误差。

由于参比电极的溶解平衡会随温度缓慢变化，因此参比电极的绝对电位随温度也缓慢变化。正如 Nernst 方程式中的影响因子“S”，氟离子电极的斜率会随温度的改变而改变。如果温度有变化，仪表和电极均需重新校准。

不同温度下电极斜率的理论值见下表，如样品温度与室温差异较大，需要用与样品温度相同

的标准液进行校准。

温度(°C)	斜率(mV)
0	54.2
10	56.2
20	58.2
25	59.2
30	60.1
40	62.1
50	64.1

4) 干扰物

大多数的阳离子和阴离子不会对铵根离子电极测量产生干扰。但是一些特定的阳离子在高浓度时,会对铵根电极产生干扰,示数漂移,读数出错等。例如 H^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , Cs^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , $N_2H_5^+$, Bu_4N^+ 。其中在不同铵离子浓度下可产生 10% 的误差的干扰离子浓度如下表。

干扰物 (mole/l)	10^{-4} M NH_4^+	10^{-3} M NH_4^+	10^{-2} M NH_4^+
H^+	< 2	< 1	< 1
Li^+	0.2	0.5	0.5
Na^+	0.005	0.08	0.8
K^+	7×10^{-5}	6×10^{-4}	6×10^{-3}
Cs^+	0.003	0.05	0.5
Mg^{3+}	> 0.5	> 1	> 1
Ca^{2+}	> 0.2	> 1	> 1
Sr^{2+}	> 0.2	> 1	> 1
Ba^{2+}	> 0.1	> 0.5	> 0.5
Zn^{2+}	0.001	0.01	0.1
$N_2H_5^+$	> 0.1	> 0.1	> 0.1
Bu_4N^+	1×10^{-5}	1×10^{-4}	1×10^{-3}

如果电极出现高的干扰存在,可通过浸泡在去离子水中半小时以上时间,然后接着浸泡在铵根标液中半小时以上恢复电极性能。

3. 电极使用操作

3.1 实验所需设备与溶液

离子电极校准和样品检测操作需要如下设备与溶液：

- 1) ST5000i 离子计
- 2) STISE27 复合铵根离子电极
- 3) 磁力搅拌器
- 4) 容量瓶、量筒、烧杯、移液器等实验器皿
- 5) 蒸馏水或去离子水
- 6) 铵根离子标准液
- 7) 离子强度调节剂

配制标准液最好的方法是采用逐级稀释。逐级稀释指使用容量瓶稀释初始配制的标准液，得到第二个标准液。再稀释第二个标准液，配制得到第三个标准液。以此类推，直到获得所需要的标准液。

电极空白电位：不高于-200 mV。

电极标定曲线及内阻：

14 ppm NH_4^+ as N	140 ppm NH_4^+ as N	1400 ppm NH_4^+ as N	内阻
65 ± 20 (mV)	123 ± 20 (mV)	180 ± 20 (mV)	$< 2 \text{ M}\Omega$

离子强度调节剂 (ISA)

(ISA, Ionic Strength Adjuster)为离子强度调节剂，用于提供稳定的背景离子强度，测量样品时也需添加 ISA。

ISA 的成分为：1 M NaCl

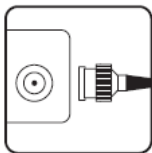
3.2 电极准备

电极校准或使用前，需在做一些准备操作：

- 1) 将电极头部的保护帽去除。注意：不要用手指碰到敏感部位。
- 2) 该电极为不可充复合电极，参比液为凝胶且密封，不需要填充液。
- 3) 使用前，将电极前端浸在去离子水中 10 分钟到 2 小时，用去离子水反复清洗电极，直到空白电位稳定，用纸吸干，不要擦干。
- 4) 然后浸在稀释的铵根离子溶液中直至准备使用。

3.3 检查电极性能

连接电极和仪表。



- 1) 配置低浓度的铵根离子标液，测量得到 E1 值。50ml 纯水+1ml ISA 溶液 + 0.5ml 的 1000ppm 的铵根离子标液，在 150ml 以上大小的烧杯中，搅拌均匀；用复合铵根离子电极 STISE27 测量得到稳定的读数值 E1；
- 2) 配置高浓度的铵根离子标液，测量得到 E2 值。在同一个烧杯中，再加 5ml 的 1000ppm 的铵根离子标液，搅拌均匀；用 STISE27 测量得到稳定的读数 E2。
- 3) 计算两个读数的差值， $E2-E1$ 即为该电极的斜率，此差值在 $56\text{mV}\pm 4\text{mV}$ (25°C) 时，说明标定电极性能合格。

- 4) 如果标定结果不理想，可对电极头做抛光处理，并在标准液中浸泡活化处理后再做标定。如仍不理想则需购买新电极。

3.4 样品要求与测量

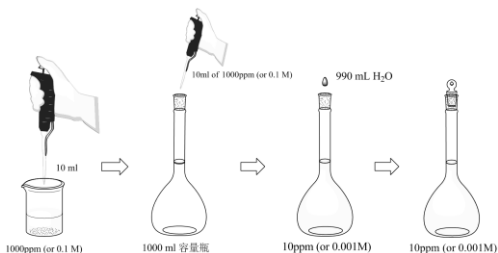
铵根离子电极外壳的材质是环氧树脂，能抵抗无机溶液的腐蚀。电极能间歇应用于含甲醇、苯或丙酮的溶液。

在电极使用前用纯水清洗电极头。使用前请先标定确定电极性能合格。

1) 梯度标准液的配置

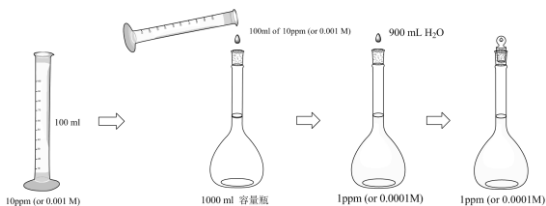
标准液配置建议采用逐级稀释的方法。逐级稀释是指使用容量瓶稀释初始高浓度的标液，得到第二个标准溶液。再稀释第二个浓度标准溶液，配置得到第三个标准溶液。以此类推，直到获得所需要的标准液。步骤如下：

- i. 配置 10ppm 或 $1 \times 10^{-3} \text{M}$ 铵根离子标准溶液：用移液管或者移液器从 1000ppm 或者 0.1M 的铵根离子标液中吸取 10ml，然后将此 10ml 标准液移入 1000ml 容量瓶中，添加 990ml 的去离子水，稀释至容量瓶的刻度线处。混合摇匀容量瓶中的溶液即可得 10ppm 或 $1 \times 10^{-3} \text{M}$ 标准液。

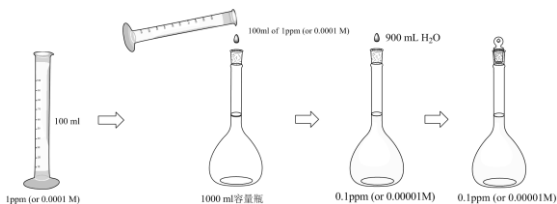


- ii. 配置 1ppm 或 $1 \times 10^{-4} \text{M}$ 铵根离子标准溶液：从步骤 i 中配置的标准液中按下图移

取出 100ml 标准液置入 1000ml 容量瓶中，然后添加 900ml 的去离子水，稀释至容量瓶的刻度线处。混合摇匀容量瓶中的溶液即可得 1ppm 或 $1 \times 10^{-4} \text{M}$ 标准液。



- iii. 配置 0.1ppm 或 $1 \times 10^{-5} \text{M}$ 铵根离子标准溶液：从步骤 ii 中配置的标准液中按下图移取出 100ml 标准液置入 1000ml 容量瓶中，然后添加 900ml 的去离子水，稀释至容量瓶的刻度线处。混合摇匀容量瓶中的溶液即可得到 0.1ppm 或 $1 \times 10^{-5} \text{M}$ 标准液。



2) 样品的配置

- 将上述配置的各浓度铵根离子标准液量取 50ml +1ml ISA 倒入 150ml 塑料烧杯中，混合均匀待测。
- 同样量取 50ml 样品 +1ml ISA 于 150ml 塑料烧杯中，混合均匀待测。

3) 测量

- 如是 ST5000i 仪表，可直读样品离子

浓度。ST3100, ST2100 或 ST300 时, 请选择仪表的电位 mV 模式。

- ii. 将铵根离子电极用蒸馏水清洗, 吸干水分后浸入已经配置好的浓度最低标准液中, 待读数稳定后, 记录电位值和相应的标准液浓度。
- iii. 用蒸馏水冲洗电极后吸干水分, 将电极浸入浓度高些的标准液中。待读数稳定后记录电位值和相应的标准液浓度。以此类推, 依次测量各个浓度的标准液和其电位值。
- iv. 使用 excel 或者其他作图软件, 以浓度负对数为 x 轴, mV 值作为 y 轴绘得线性曲线, 此即工作曲线。
- v. 用蒸馏水清洗电极, 吸干水分后浸入样品中。待读数稳定后, 记录电位值。
- vi. 使用步骤 iv 中的工作曲线, 计算得到样品浓度。

注意: 所有的分析步骤中, 样品和标准液在测量前必须加入 ISA。样品和标准液应该处于同一温度下。溶液的温度必须低于 100°C。

测量样品时也需先测量低浓度样品, 后测量高浓度样品。否则需在纯水中浸泡较长时间以清除影响。样品中需添加 ISA 以调节离子强度获得准确测量值。

在测定低浓度的铵根离子时样品时, 也可以采用标准加入法。

3.5 保存与维护

- 1) 电极测量间隔在一周内, 可保存在含铵根离子的 4 mol/L 氯化钾溶液中。

保存液中的铵根离子浓度应该与浓度最低的铵根离子校准标准液浓度相近。保存液中不可加入 ISA。

- 2) 避免电极中的填充液蒸发，否则会导致结晶的形成。
- 3) 若电极保存超过一周，需排干电极内部溶液，用蒸馏水冲洗参比池。装上敏感部件保护帽，电极干燥保存。

4. 常见问题

测量中如出现问题，一般最常见的问题是电极受到污染，解决办法为：

- 1) 蒸馏水/去离子水反复冲洗电极。
- 2) 重新检查电极性能，看是否合格。
- 3) 如电极检查合格，但仍然测量有问题，可能是样品中有特定干扰物（如络合剂），或者测量方法/操作方法错误。
- 4) 铵根离子电极敏感膜材料为聚合物，切勿用手触碰，避免造成损坏。

