复合氯离子电极说明书

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

P/N 30087379 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 9
4. 常见问题 9

1. 简介与订货信息

氯离子电极是一种固体膜的离子选择电极，用于测定水中游离的氯离子，能够做到简单、快速、准确和经济。适用于废气、骨头、水泥、鱼类蛋白质、玻璃、磷酸矿和牙膏等试样中氯含量的测定。
氯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
STISE21	30087422	凝胶复合氯离子电极

2. 电极参数与特性

2.1 电极参数

接口：	BNC
分辨率和精度：	0.1 mV
温度范围：	0~80 ℃
参比电极：	凝胶
电缆长度：	1 m
电极杆长度：	120 mm
电极杆直径：	12 mm
电极膜材料：	固态膜
电极电阻：	≤ 1 MΩ
重复性：	±2%
测量范围：	1 M~5x10^{-6} M Cl^- (1.8ppm~35500ppm)
最少样品体积：	50ml 烧杯中 5 ml 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%所需要的时间，此时间根据样品溶液浓度的大小而不同。
测量高浓度溶液需要数秒，而测量接近电极下限的溶液则需要数分钟。。

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±2%。

2） 电极寿命

常规实验操作，每个敏感部件可以使用大约 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，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±1°C。
测量氯离子 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”， 氯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，建议平衡时间至少 1 个小时并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

当下表中所列离子浓度过高，会在电极感应器表面产生一层盐膜使电极无法正常工作。当电极进入强还原剂溶液中会在电极感应器表面形成一金属层，阻碍电极正常工作。 当这些情况发生时，可以将电极感应器表面抛光，恢复电极正常的功能。

下表提供了常见干扰离子的最大允许浓度，以干扰离子与样品中氯离子的摩尔浓度比率表示。如果干扰离子浓度对氯离子浓度超出以下比率，电极将不能正常工作。如果干扰离子浓度对氯离子浓度低于以下比率，电极感应器表面及电极的功能都不会受到影响。

Interference	Maximum Allowable Ratio (moles/liter)
OH^-	80
Br^-	$3*10^{-3}$
I^-	$5*10^{-7}$
S^{2-}	10^{-6}
CN^-	$2*10^{-7}$
NH_3	0.12
$S_2O_3^{2-}$	0.01

(a) 可以用 1 mol/L HNO_3 调节样品 pH 值为 4，除去氢氧根干扰离子。

(b) 使用氯离子氧化剂去除干扰物或格氏滴定法，可以测量含有其它卤素溶液中的氯离子。

下面会介绍如何使用氯离子氧化剂。

(c) 加入镍离子 (+2) 溶液或使用氯离子氧化剂可除去硫和氰离子。

(d) 含有络合物，不损伤电极的情况下可超过最大比率，会造成 1%的误差。

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) STISE21 复合氯离子电极
3) 磁力搅拌器
4) 容量瓶、量筒、烧杯、移液器等实验器皿
5) 测量氯离子建议使用塑料器皿
6) 蒸馏水或去离子水
7) 氯离子标准液

电极空白电位：不低于 320 mV。
电极标定曲线及内阻：

10 pm Cl^-	100 ppm Cl^-	1000 ppm Cl^-	内阻
243 ±20 (mV)	185 ±20 (mV)	127 ±20 (mV)	< 1 MΩ

离子强度调节剂 (ISA)
(Total Ionic Strength Adjustment Buffer, 简称为 ISA)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：5 mol/L $NaNO_3$

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。

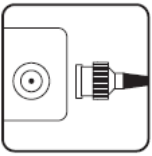
2) 该电极为不可充复合电极-参比液为凝胶且密封，不需要填充液。

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) 然后浸在稀释的氯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) 配置低浓度的氯离子标液，测量得到 E1 值。 100 ml 纯水+2 ml ISA 溶液 + 1 ml 的 1000 ppm 的氯离子标液，在 150ml 以上大小的烧杯中，搅拌均匀；用复合氯离子电极 STISE21 测量得到稳定的读数值 E1；

2) 配置高浓度的氯离子标液，测量得到 E2 值。在同一个烧杯中，再加 10 ml 的 1000 ppm 的氯离子标液，搅拌均匀；用 STISE21 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，此两个电位值差应该在

54 至 60 mV/10 倍浓度。当溶液的温度在 20 至 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。

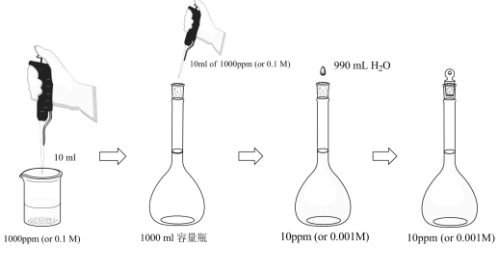
3.4 样品要求与测量

氯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。

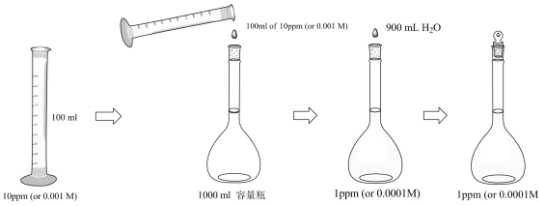
1) 梯度标准液的配置

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：

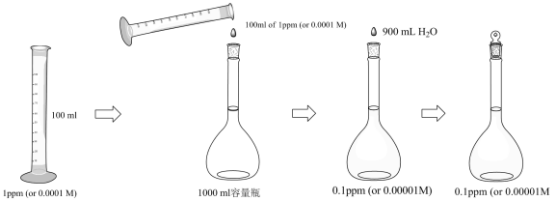
i. 配置 10ppm 或 $1x10^{-3}$M 氯离子标准溶液：用移液管或者移液器从 1000ppm 或者 0.1M 的氯离子标液中吸取 10ml，然后将此 10ml 标准液移入 1000ml 容量瓶中，添加 990ml 的去离子水，稀释至容量瓶的刻度线处。混合摇匀容量瓶中的溶液即可得 10ppm 或 $1x10^{-3}$M 标准液。



ii. 配置 1ppm 或 $1x10^{-4}$M 氯离子标准溶液：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。混合摇匀容量瓶的中溶液即可得 1ppm 或 $1x10^{-4}$M 标准液。



iii. 配置 0.1ppm 或 $1x10^{-5}$M 氯离子标准溶液：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 $1x10^{-5}$M 标准液。



2) 样品的配置

i. 将上述配置的各浓度氯离子标准液量取 50ml +1ml ISA 倒入 150ml 塑料烧杯中，混合均匀待测。

ii. 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

i. 如是 ST5000i 仪表，可直读样品离子浓度。ST3100，ST2100， ST300 或 ST3C 时，请选择仪表的电位 mV 模式。

ii. 将氯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，以相同的搅拌速度搅拌标准液。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，以相同的搅拌速度搅拌标准液。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，以相同的搅拌速度搅拌样品。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：

1) 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 80°C。

2) 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。

3) 如果电极响应缓慢，可能是由于敏感部件上有沉淀物堆积。用抛光条抛光电极，可恢复电极性能。剪下 2.5cm 长的抛光条，以旋转的方式抛光电极敏感部件约 30 秒。使用前，清洗电极并浸泡在标准液中 5 分钟。

在测定低浓度的氯离子时样品时，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 0.01 mol/L 氯离子标准液中。保存液中不可加入 ISA。

2) 若电极保存超过一周，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。