



# 采用安捷伦 pH 测量仪精确调节药品 分析流动相中的 pH 值

## 技术概述

### 前言

高效液相色谱 (HPLC) 是药物分析的重要工具，可为有效的药品监测提供质量保证。在 HPLC 分析中，流动相的 pH 值是样品溶液的重要控制参数。

本技术概述介绍了利用安捷伦 pH 测量仪/复合电极，简单、准确地将药品分析中常见的 0.025 mol/L 磷酸二氢钾流动相的 pH 值调节到 3。[1] 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，也依然能在最短时间内获得最可靠的数据。



**Agilent Technologies**

## 材料

测量仪:	Agilent 3200P pH 测量仪 (部件号 G4383A), 3200I 离子测量仪 (部件号 G4386A) 或 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:	Agilent P3211 复合电极 (部件号 5190-3988), T7111 ATC 探针 (部件号 5190-3998)
缓冲液:	pH 缓冲液包 (部件号 5190-0533)
样品:	0.025 mol/L 磷酸二氢钾
pH 值调节 溶液:	磷酸, 分析纯级

制备磷酸盐储备液的方法: 精确称取 3.40 g 磷酸二氢钾, 并将其溶解于去离子水中, 然后转入 1000 mL 容量瓶, 定容至刻度。

## 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**”键, 再按下“**Enter**”键
3. 干燥电极, 并将其置于 pH 4.01 的缓冲液中。此时读数应为  $177 \pm 30$  mV
4. 显示稳定后, 按下“**Enter**”键
5. 取下电极, 使用去离子水冲洗, 然后将其置于 pH 为 10.01 的缓冲液中。此时读数应为  $-178 \pm 30$  mV, 与 pH 为 4.01 时的电势相差 330 到 360 mV。斜率应大于 90%
6. 取下电极, 使用去离子水冲洗, 然后将其置于 pH 为 7.00 的缓冲液中。如果 pH 值显示为  $7.00 \pm 0.1$ , 表示该电极可以使用

## 典型结果

将溶液调整到所需 pH 值的方法: 向烧杯中倒入 500 mL 储备液, 并插入 P3211 电极。pH 读数约为 4.77。向溶液中不断滴加磷酸, 并不停搅拌, 使 pH 读数尽可能地接近 3, 此过程需要 3 到 4 滴磷酸 (大概 0.1 mL)。

表 1. 采用安捷伦 pH 测量仪/复合电极测定的三种不同缓冲液的 pH 值和稳定时间

温度 (°C)	缓冲液, pH 4.01		缓冲液, pH 10.01		斜率	缓冲液, pH 7.00		pH 测定值
	mV	稳定时间 (s)	mV	稳定时间 (s)		mV	稳定时间 (s)	
24.5	184.3	29	-160.8	33	97.23	6.8	30	7.010

清洗电极，使用剩下的一半储备液重复此操作以获得第二次读数。同样，pH 值也需尽量接近 3。表 1 显示的是样品缓冲液读数，表 2 总结了预期的 pH 值。

表 2. 磷酸溶液的 pH 值

温度 (°C)	样品	磷酸溶液	最终 pH 值
24.5	1	0.025 mol/L 磷酸二氢钾	4.766
	2	0.025 mol/L 磷酸二氢钾 + 磷酸	3.007
	3	0.025 mol/L 磷酸二氢钾 + 磷酸	3.004

## 结论

通过两次调节 pH 值，获得的终点值达到了磷酸二氢钾溶液 pH 精确值为 3 的要求。这表明安捷伦 pH 测量仪/复合电极调节的缓冲液系统非常稳定。

## 参考文献

1. Anon. Pharmaceutical Applications with HPLC (高效液相色谱在制药分析中的应用)。解决方案指南，安捷伦科技有限公司，出版号 5968-2635E (2000)

## 附录

美国国家标准技术研究院 (NIST) 缓冲液在不同温度下的 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](http://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29日

5991-2835CHCN



**Agilent Technologies**