

附录 A
(资料性附录)
电极使用的注意事项

A.1 玻璃电极

暂时不用的玻璃电极浸泡在水中,并经常换水。长期不用的玻璃电极要干燥保存,再用时需要预先在水中浸泡 24 h,使之活化后才能使用。

测定 pH 值时,玻璃电极的球泡应全部浸入溶液中,并使其稍高于甘汞电极的陶瓷芯。

A.2 甘汞电极

甘汞电极在使用时,电极上端小孔的橡皮塞应拔出,以防止产生扩散电位影响测试结果。

电极内氯化钾溶液中不能有气泡,以防止断路,溶液内应保留少许氯化钾晶体,以保证氯化钾溶液的饱和,但氯化钾结晶不宜过多,以防堵塞电极与被测溶液的通路。

当电极外表附有氯化钾溶液或晶体时,应随时用水冲净。

A.3 复合电极

使用时电极下端的保护帽应取下。避免电极的敏感玻璃泡与硬物接触,以防止电极失效。使用后应将电极保护帽套上,帽内应放少量外参比补充液(3 mol/L 氯化钾溶液),以保持电极球泡的湿润。

使用前发现保护帽中补充液干枯,应在 3 mol/L 氯化钾溶液中浸泡数小时,以保证电极使用性能。

使用时应拔出电极上端小孔的橡皮塞或橡皮套,以防止产生扩散电位,影响测定结果。电极不使用时,应将小孔堵住,以防止补充液干枯。

应避免长期浸在蒸馏水、蛋白质溶液和酸性氟化物溶液中,避免与有机硅油接触。

经长期使用后,如发现斜率有所降低,可将电极下端浸泡在氢氟酸溶液(质量分数为 4%)中 3 s~5 s。用蒸馏水洗净,在 0.1 mol/L 盐酸溶液中浸泡,使之活化。

A.4 电极表面污染时的处理

如果附着无机盐结垢,可用温的低于 1 mol/L 的稀盐酸溶解;对钙镁难溶性结垢,可用 EDTA 二钠溶液溶解;沾有油污时可用丙酮清洗。电极按上述方法处理后,应在蒸馏水中浸泡 24 h 再使用。忌用无水乙醇、脱水性洗涤剂处理电极。

在连续测量 pH 值 > 7.5 以上样品后,为防止电极由碱引起的响应迟钝,建议将玻璃电极在 0.1 mol/L 盐酸溶液中浸泡一下后用水冲洗干净。

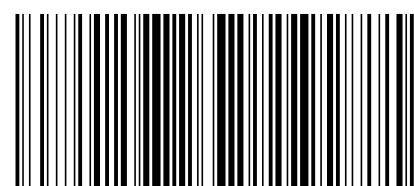


中华人民共和国国家标准

GB/T 23769—2009

无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

Inorganic chemical products—
General method for the determination of pH values



GB/T 23769—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38200

定价: 14.00 元

2009-05-13 发布

2010-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

8.2 酸度计的校准

同时准备两个标准缓冲溶液,使其中一个标准缓冲溶液的 pH 值大于并接近试验溶液的 pH 值,另一个标准缓冲溶液小于并接近试验溶液的 pH 值。用上述两种标准缓冲溶液校准酸度计。将温度补偿旋钮调至标准缓冲溶液的温度处,并参照该温度时标准缓冲溶液的 pH 值。用两种标准缓冲溶液分别校准,校准的误差不得大于 0.1(若大于 0.1,则电极需要清洗或更换)。用 pH 值与样品试验溶液接近的标准缓冲溶液定位。

8.3 测定

将电极用水冲洗,再用试验溶液洗涤,调节试验溶液的温度至 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,并将酸度计的温度补偿旋钮调至 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$,将电极插入试验溶液,加入搅拌子,在搅拌状态下(或按产品标准具体要求)测定试验溶液的 pH 值,测得的 pH 值读数至少稳定 1 min。将溶液分成 2 份,分别测定,两次测定的 pH 值的差值不得大于 ± 0.02 。

操作过程中应避免酸性或碱性气体侵入。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值在产品标准中规定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
无 机 化 工 产 品
水 溶 液 中 pH 值 测 定 通 用 方 法
GB/T 23769—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2009 年 8 月第一版 2009 年 8 月第一次印刷

*

书号:155066·1-38200 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

水,稀释至 1 000 mL。此溶液的浓度 $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K})$ 为 0.05 mol/L。

6.4 磷酸盐标准缓冲溶液:

称取 3.40 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 3.55 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4),溶于无二氧化碳的水,稀释至 1 000 mL。磷酸二氢钾和磷酸氢二钠需预先在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h。此溶液的浓度 $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)$ 为 0.025 mol/L, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)$ 为 0.025 mol/L。

6.5 硼酸盐标准缓冲溶液:

称取 3.81 g 四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),溶于无二氧化碳的水,稀释至 1 000 mL。存放时防止空气中二氧化碳进入。此溶液的浓度 $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ 为 0.01 mol/L。

6.6 氢氧化钙标准缓冲溶液:

于 $25\text{ }^\circ\text{C}$,用无二氧化碳的水制备氢氧化钙的饱和溶液,氢氧化钙溶液的浓度 $c[\frac{1}{2}\text{Ca}(\text{OH})_2]$ 应在 0.040 0 mol/L~0.041 2 mol/L。存放时应加碱石棉管以防止二氧化碳进入。一旦出现混浊,不能继续使用。

氢氧化钙溶液的浓度可以苯酚红为指示剂,用盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$] 滴定测出。

6.7 不同温度时各标准缓冲溶液 pH 值见表 1。

酸性 pH 标准缓冲溶液应保存于硬制玻璃瓶或聚乙烯瓶中,三个月内有效;碱性 pH 标准缓冲溶液应保存于聚乙烯瓶中,一个月内有效。当发现有浑浊、发霉或沉淀现象时,不能继续使用。

表 1 不同温度时各种标准缓冲溶液的 pH 值

温度/ $^\circ\text{C}$	草酸盐 标准 缓冲溶液	酒石酸盐 标准 缓冲溶液	邻苯二甲 酸盐标准 缓冲溶液	磷酸盐 标准 缓冲溶液	硼酸盐 标准 缓冲溶液	碳酸盐 标准 缓冲溶液	氢氧化钙 标准 缓冲溶液
0	1.67	—	4.00	6.98	9.46	10.32	13.42
5	1.67	—	4.00	6.95	9.40	10.25	13.21
10	1.67	—	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	—	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	—	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	3.56	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	3.55	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	3.55	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.69	3.55	4.04	6.84	9.06	—	11.98

7 仪器和设备

7.1 电极(电极的使用参见附录 A):

- 7.1.1 指示电极:玻璃电极;
- 7.1.2 参比电极:甘汞电极;
- 7.1.3 复合电极。

7.2 酸度计:分度值为 0.02。

8 分析步骤

8.1 试验溶液的制备

将样品用无二氧化碳的水按产品标准的要求配制成一定浓度的试验溶液。

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:湖北兴发化工集团股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、建德市天石碳酸钙有限责任公司。

本标准主要起草人:李霞、郑光明、周新民、徐荣珠。

本标准首次发布。