



中华人民共和国国家标准

GB/T 20432.13—2007/ISO 10349-13:2002

摄影 照相级化学品 试验方法 第 13 部分:pH 值的测定

Photography—Photographic-grade chemicals—Test methods—
Part 13:Determination of pH

(ISO 10349-13:2002, IDT)

GB/T 20432.13—2007/ISO 10349-13:2002

GB/T 20432.13—2007/ISO 10349-13:2002

通过将参比电极头靠着毛巾纸轻轻地按压几次来检查多孔-型触头的流通。如果触头是流通的,会看见一个小湿点。

A.3.3 清洗堵塞的参比电极

通过将电极触头放在热(不超过 50℃)的溶液[3.5 mol/L 的氯化钾用水(1+9)稀释]中浸泡 0.5 h 来清洗堵塞的参比电极。排尽电解液,用新鲜的 3.5 mol/L 的氯化钾溶液代替并重新试验电极。

对于堵塞的银/氯化银参比电极,在 10% 的氢氧化铵溶液中浸泡 10 min 能够从电极触头中除掉氯化银沉淀。在这个过程中电极中含有填充溶液。避免使用较高浓度的氢氧化铵溶液或较长时间的浸泡,因为在一些类型的银/氯化银参比电极中参比成分能够被破坏。

对于玻璃电极,较严格的再生程序没有被介绍,因为它们是十分昂贵的及在许多情况下做多了反而损害电极。

A.3.4 参比电极的精确检查

A.3.4.1 通过测量两种离子强度(相差 10 倍)的 pH 7.0 缓冲溶液(5.2)的 pH 值来评定在参比电极中的液体-触头电压的误差。

A.3.4.2 用 pH 7.0 的缓冲溶液(5.2)和 pH 4.0 的缓冲溶液(5.1)标定 pH 计作为“在低量程 pH 计的校准”。

A.3.4.3 用水稀释 110 mL 的 pH 7.0 缓冲溶液(5.2)至 1 L。

A.3.4.4 测量稀释后的缓冲溶液的 pH。对于一个正确运行的参比电极触头,pH 计读数应为 7.065 ± 0.010 。

A.4 复合电极

对于复合电极的护理和再生应遵循制造商的建议。



GB/T 20432.13-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29978

定价: 10.00 元

2007-07-26 发布

2008-01-01 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

附录 A
(资料性附录)
电极护理

A.1 贮藏

对于玻璃电极在所适合的存储溶液方面存在许多相矛盾的信息。对于电极的护理尽可能依据制造商的建议。

当电极不工作时,建议使用 pH 7 的磷酸盐缓冲溶液用于玻璃电极的存储以及 3.5 mol/L 的氯化钾缓冲溶液用于参比电极的存储。

对于电极对在测量间隔间的临时贮藏,请使用一个在 pH 7 的磷酸盐缓冲溶液中含有 0.1 mol/L 的氯化钾的存储缓冲溶液。

A.2 pH 电极——预处理/再生

对于玻璃 pH 电极的预处理,请遵循制造商的建议。在测量 pH 前,建议在 pH 7 的磷酸盐缓冲溶液中至少浸泡 2 h;浸泡过夜更好。

如果电极不能满足斜率的评判标准,不能达到选定的缓冲值,或测量控制缓冲溶液时给出了不能令人满意的数值,请按下列步骤进行再生:

- a) 从 pH 计(6.1)上拆开电极导线。
- b) 将玻璃电极头放在 1.0 mol/L 的盐酸中浸泡 5 min,接着在 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液中浸泡 5 min。将电极(6.2)放回 1.0 mol/L 的盐酸中再浸泡 5 min。用水冲洗电极。
- c) 将电极放于 pH 7.0 的缓冲溶液(5.2)中浸泡 2 h。
- d) 重新连接电极并尝试再一次校准。如果没有改进,将电极废弃。
注意:由于考虑到所需试剂的毒性及相比于电极替换成本的分析者时间成本,较严格的修理程序没有被介绍。
- e) 如果对电极所做的改进仍不能使电极读出所需的值,重复氢氧化钠溶液及盐酸的浸泡并尝试再一次校准。如果没有改进,将电极废弃。

A.3 参比电极——护理/再生**A.3.1 甘汞参比电极**

将一个新的甘汞参比电极投入使用前,取出饱和氯化钾填充溶液并重新填充 3.5 mol/L 的氯化钾溶液。较低浓度的盐在电极内及在参比电极触头处产生较少的结晶。

在每班或每个工作日开始时,取出氯化钾填充溶液并用新鲜的 3.5 mol/L 的氯化钾溶液重新填充电极。

A.3.2 银/氯化银电极

将一个新的银/氯化银参比电极投入使用前,取出饱和氯化钾填充溶液并以用氯化银饱和的 3.5 mol/L 的氯化钾溶液(氯化钾填充溶液用氯化银进行饱和,否则电极内的氯化银成分将会溶解)进行重新填充。

在每班或每个工作日开始时,取出氯化钾填充溶液并以新鲜的用氯化银饱和的 3.5 mol/L 的氯化钾溶液重新填充电极。

当替换一个新的 pH 电极而 pH 测量系统性能不好的问题仍未解决,特别是当获得的读数不准确或不稳定时,可能是参比电极触头出现了堵塞。如果填充溶液被污染,用新鲜的溶液重新填充并重新检查系统。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
摄 影 照 相 级 化 学 品 试 验 方 法
第 13 部 分 :pH 值 的 测 定

GB/T 20432.13—2007/ISO 10349-13:2002

*

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 9 千字

2007 年 10 月第一版 2007 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-29978 定价 10.00 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

对于 pH 值大于 10 的溶液的日常测量,推荐使用校正过的钠电极。

注:复合电极可以代替一对玻璃/参比电极,选择电极时可做上述同样的应用考虑。

6.3 恒温水浴,用泵和加热系统来维持环流和恒定的温度($\pm 1^\circ\text{C}$)。

水浴应足够深,能够保证容器中的样品低于水面。水浴温度设置在 25°C 。

7 取样

依据 GB/T 20432.1 进行取样。

8 程序

8.1 校准和标定

8.1.1 对于 pH 计(6.1)的正确安装和最初条件,请查阅制造商的仪器手册。

8.1.2 用水冲洗电极(6.2)并用软棉纸吸干净电极头上剩余的水,应手持棉纸接近电极的表面汲取水,注意不要摩擦电极膜表面。

将电极浸泡在 pH 7.0 的缓冲溶液(5.2)中,等待 2 min 让电极平衡和 pH 计读数稳定,如有必要,调整 pH 计的“校准控制”以获取给定的缓冲值。

8.1.3 pH 计的“斜率”要求

对于低 pH 值样品,将电极浸泡在 pH 4.0 的缓冲溶液(5.1)中。对于高 pH 值样品,将电极浸泡在 pH 10.0 的缓冲溶液(5.3)中。

等待 2 min 让电极平衡和 pH 计读数稳定。如有需要,调整 pH 计的“斜率控制”以获取给定的缓冲值。

注意电极对的斜率值。如果该值落于 95% 的下方,应重新校准。如果斜率值维持在 95% 的下方,在所有的样品被试验前应进行纠正(见附录 A)。

8.1.4 用水冲洗电极,吸干并继续进行样品测量或正确地存放电极为今后使用。

8.1.5 样品测量前,应校正 pH 计。

8.1.6 校准缓冲溶液(5.1)应每天更换。

8.2 pH 测量

8.2.1 在温度平衡及在预定 pH 范围内对 pH 计校准后方可进行样品的 pH 值测定。

8.2.2 按标准规定的试验量称取样品,转移至 100 mL 烧杯中,用 50 mL 新煮沸并冷却的水进行溶解。

8.2.3 用水冲洗电极并吸干。将电极浸于被测量的样品中,等待 2 min 让电极平衡和 pH 计读数稳定。

8.2.4 记录溶液的 pH 值,精确至 0.1 pH 单位。

9 试验报告

试验报告应写明所用的方法及试验结果。

试验报告也应提及 GB/T 20432 的本部分中没有规定的所有操作细节,或者被认为是可任选的操作细节,并说明任何有可能影响试验结果的事件的细节。

试验报告应包括完成样品鉴定所需的所有信息。

前 言

GB/T 20432《摄影 照相级化学品 试验方法》分为如下几部分:

- 第 1 部分:总则;
- 第 2 部分:水不溶物的测定;
- 第 3 部分:氨水不溶物的测定;
- 第 4 部分:灼烧残渣的测定;
- 第 5 部分:重金属和铁含量的测定;
- 第 6 部分:卤化物含量的测定;
- 第 7 部分:碱度或酸度的测定;
- 第 8 部分:挥发性物质的测定;
- 第 9 部分:和硝酸银氨溶液的反应;
- 第 10 部分:硫化物的测定;
- 第 11 部分:相对密度的测定;
- 第 12 部分:密度的测定;
- 第 13 部分:pH 值的测定。

本部分为 GB/T 20432 的第 13 部分。

本部分等同采用 ISO 10349-13:2002《摄影 照相级化学品 试验方法 第 13 部分:pH 值的测定》(英文版)。

本部分等同翻译 ISO 10349-13:2002。

为方便使用,本部分做了下列编辑性修改:

- a) “ISO 10349 的本部分”一词改为“GB/T 20432 的本部分”。
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。
- c) 删除了 ISO 10349-13:2002 的前言。
- d) 删除了 ISO 10349-13:2002 中的二处非技术性、非编辑性的脚注。
- e) 因 ISO 10349-13:2002《摄影 照相级化学品 试验方法 第 13 部分:pH 值的测定》中 8.1.3 条的题目与内容不符,依据该条目中的内容,将 8.1.3 条的原题目“用水冲洗电极和吸干”改为“pH 计的‘斜率’要求”。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国感光材料标准化技术委员会(SAC/TC 102)归口。

本部分起草单位:中国乐凯胶片集团公司。

本部分起草人:王君。