

3101 pH 值测定法（标准草案）

除另有规定外，水溶液的 pH 值应以玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极的酸度计进行测定。酸度计应定期进行计量检定，并符合国家有关规定。滴定前，应采用下列标准缓冲液校正仪器，也可用国家标准物质管理部门发放提供的标示 pH 值准确至 0.01 pH 值单位的各种标准缓冲液校正仪器。

1 仪器校正用的标准缓冲液

应使用标准缓冲物质配制，配制方法如下。

1.1 草酸盐标准缓冲液 精密称取在 54°C±3°C 干燥 4~5 小时的草酸三氢钾 12.71g，加水使其溶解并稀释定容至 1000ml。

1.2 邻苯二甲酸盐标准缓冲液 精密称取在 115°C±5°C 干燥 2~3 小时的邻苯二甲酸氢钾 10.12g，加水使其溶解并稀释定容至 1000ml。

1.3 磷酸盐标准缓冲液 精密称取在 115°C±5°C 干燥 2~3 小时的无水磷酸氢二钠 3.55g 与磷酸二氢钾 3.40g，加水使其溶解并稀释定容至 1000ml。

1.4 硼砂标准缓冲液 精密称取硼砂 3.81g（注意避免风化），加水使其溶解并稀释定容至 1000ml，置聚乙烯塑料瓶中，密塞，避免与空气中二氧化碳接触。

1.5 氢氧化钙标准缓冲液 于 25°C，用无二氧化碳的水制备氢氧化钙饱和溶液，取上清液使用。存放时应防止空气中二氧化碳进入。一旦出现浑浊，应弃去重配。

上述标准缓冲溶液必须用基准试剂配制。

不同温度时各种标准缓冲液的 pH 值如下表：

温度（°C）	草酸盐标准缓冲液	邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液	磷酸盐标准缓冲液	硼砂标准缓冲液	氢氧化钙标准缓冲液（25°C 饱和溶液）
0	1.67	4.01	6.98	9.64	13.43
5	1.67	4.00	6.95	9.40	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.28	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.23	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	12.45
30	1.68	4.02	6.85	9.14	12.29
35	1.69	4.02	6.84	9.10	12.13
40	1.69	4.04	6.84	9.07	11.98
45	1.70	4.05	6.83	9.04	11.84
50	1.71	4.06	6.83	9.01	11.71
55	1.72	4.08	6.83	8.99	11.57
60	1.72	4.09	6.84	8.96	11.45

2 注意事项

测定 pH 值时，应严格按仪器的使用说明书操作，并注意下列事项。

2.1 测定前，按各品种项下的规定，选择两种 pH 值相差约 3 个 pH 值单位的标准缓冲液，使供试液的 pH 值处于二者之间。

2.2 取与供试液 pH 值较接近的第一种标准缓冲液对仪器进行校正（定位），使仪器示值与表列数值一致。

2.3 仪器定位后，再用第二种标准缓冲液核对仪器示值，误差应不大于 ± 0.02 pH 值单位。如果大于此偏差，则应小心调节斜率，使示值与第二种标准缓冲液的表列数值相符。重复上述定位与斜率调节操作，至仪器示值与标准缓冲液的规定数值相差不大于 0.02 pH 值单位。否则，须检查仪器或更换电极后，再进行校正至符合要求。

2.4 每次更换标准缓冲液或供试液前，应用纯化水充分洗涤电极，然后将水吸尽，也可用所换的标准缓冲液或供试液洗涤。

2.5 在测定高 pH 值的供试品时，应注意碱误差的问题，必要时选用适宜的玻璃电极测定。

2.6 对弱缓冲液（如水）的 pH 值测定，先用邻苯二甲酸盐标准缓冲液校正仪器后测定供试液，并重取供试液再测，直至 pH 值的读数在 1 分钟内改变不超过 ± 0.05 为止；然后再用硼砂标准缓冲液校正仪器，再如上法测定；两次 pH 值的读数相差应不超过 0.1，取两次读数的平均值为其 pH 值。

2.7 配制标准缓冲液与溶解供试品的水，应是新煮沸过的冷注射用水并放冷的纯化水，其 pH 值应为 5.5~7.0。

2.8 标准缓冲液一般可保存 2~3 个月，但发现有混浊、发霉或沉淀等现象时，不能继续使用。