

ICS
X38
备案号:

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX-20XX

食盐中 pH 的测定

Determination of pH in Edible Salt

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 2023-05-30)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国盐业标准化技术委员会（SAC/TC295）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

食盐中 pH 的测定

1 范围

本文件规定了食盐产品中pH值的检测方法。

本文件适用于食盐产品pH值的检测。

2 原理

pH值由测量电池的电动势而得。该电池通常由参比电极和氢离子指示电极组成。溶液每变化1个pH单位，在同一温度下电位差的改变是常数，据此在仪器上直接以pH的读数表示。

3 干扰和消除

3.1 食盐样品中的颜色、少量不溶物、胶体、氧化剂及还原剂均不干扰测定。

3.2 食盐样品中的水不溶物（如作为抗结剂添加的二氧化硅、硅酸钙等）本身不干扰测定，但如水不溶物含量较高，则水不溶物可能被吸附在电极表面，从而影响电极的测定。

3.3 在标准规定的食盐样品浓度条件下，食盐样品溶液的离子强度不干扰测定。

3.4 食盐样品中如存在有机物（如调味盐、螺旋藻碘盐等），当有机物含量低于50%时，在标准规定的食盐样品浓度条件下，有机物本身不干扰测定。但如有有机物不溶于水，则可能吸附在电极表面而影响测定。

3.5 食盐样品中如含有高浓度的氟（如加氟盐等），应采用耐氟的pH电极测定。

3.6 温度影响电极的电位和水的电离平衡，仪器应具备温度补偿功能，温度补偿范围依据仪器说明书。

4 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

4.1 实验用水：新制备的去除二氧化碳的蒸馏水。

将水注入烧杯中，煮沸10min，隔绝空气放置冷却。临用现制。

4.2 标准缓冲溶液

4.2.1 pH标准溶液 I (pH 4.00 25℃)

称取先在110℃~120℃干燥2h的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 10.12g，溶于水并在容量瓶中稀释至1L。也可购买市售合格标准缓冲溶液，按照说明书使用。

4.2.2 pH标准溶液 II (pH 6.86 25℃)

分别称取先在110℃~120℃干燥2h的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 3.39g和污水磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4) 3.53g，溶于水并在容量瓶中稀释至1L。也可购买市售合格标准缓冲溶液，按照说明书使用。

4.2.3 pH标准溶液 III (pH 9.18 25℃)

称取与饱和溴化钠（或氯化钠加蔗糖）溶液（室温）共同放置在干燥器中平衡48h的四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 3.80g，溶于水并在容量瓶中稀释1L。也可购买市售合格标准缓冲溶液，按照说明书使用。

注：上述标准缓冲溶液于4℃以下冷藏可保存2-3个月。发现由浑浊、发霉或沉淀等现象时，不能继续使用。

4.3 pH广泛试纸

5 仪器和设备

- 5.1 酸度计：精度为0.1pH单位，具有温度补偿功能，pH范围从0~14。
- 5.2 电极：分体式pH电极或复合电极。
- 5.3 温度计：0℃~100℃
- 5.4 烧杯：聚乙烯或硬质玻璃材质。
- 5.5 一般实验室常用仪器和设备

6 分析步骤

6.1 测定前准备

按照使用说明书对电极（5.2）进行活化和维护，确认仪器正常工作。

6.2 仪器校准

6.2.1 校准溶液

使用pH广泛试纸（4.3）粗测样品的pH值，根据样品的pH值大小选择两种合适的校准用标准缓冲溶液（4.2）。两种标准缓冲溶液pH值相差约3个pH单位。样品pH值尽量在两种标准缓冲溶液pH值范围之内，若超出范围，样品pH值至少与其中一个标准缓冲溶液pH值之差不超过2个pH单位。

6.2.2 温度补偿

手动温度补偿的仪器，将标准缓冲溶液的温度调节至与样品的实际温度相一致，用温度计（5.3）测量并记录温度。校准时，将酸度计（5.1）的温度补偿旋钮调至该温度上。带有自动温度补偿功能的仪器，无须将标准缓冲溶液与样品保持同一温度，按照仪器说明书进行操作。

6.2.3 校准方法

采用两点校准法，按照仪器说明书选择校准模式，先用中性标准缓冲溶液，再用酸性或碱性标准缓冲溶液校准。

a) 将电极（5.2）浸入第一个标准缓冲溶液，缓慢水平搅拌5s后停止，避免产生气泡，待读数稳定后，调节仪器示值与标准缓冲溶液的pH值一致。

b) 用蒸馏水冲洗电极（5.2）并用滤纸边缘吸去电极表面水分，将电极（5.2）浸入第二个标准缓冲溶液中，缓慢水平搅拌5s后停止，避免产生气泡，待读数稳定后，调节仪器示值与标准缓冲溶液的pH值一致。

c) 重复a)操作，待读数稳定后，仪器的示值与标准缓冲溶液的pH值之差应 ≤ 0.05 个pH单位，否则重复步骤a)和b)，直至合格。

6.3 样品测定

称取食盐样品5g，精确至0.01g，置于50mL烧杯中，加实验用水（4.1）溶解后并定容于100mL容量瓶中，置于烧杯（5.4）中备用。

注1：如食盐样品中含有机物或水不溶物成分，样品溶液定容后应干过滤于烧杯（5.4）中备用。

注2：如食盐样品中含有高浓度的氟，样品溶液定容后应立刻倒出，置于聚乙烯烧杯（5.4）中备用。

用蒸馏水冲洗电极并用滤纸边缘吸去电极表面水分，立即将电极浸入样品溶液中，缓慢水平搅拌5s后停止，避免产生气泡。待读数稳定后记下pH值。具有自动读数功能的仪器可直接读取数据。每个样品测定后用蒸馏水冲洗电极。

7 结果表示

测定结果保留小数点后 2 位(或按产品标准中要求保留), 并注明样品测定时的温度。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过0.1pH。

9 注意事项

9.1 为了减少空气中酸性气体的溶入, 减少食盐样品有机物中易挥发物质的损失, 应在测定前才将容量瓶中溶液置于烧杯(5.4)中, 立刻测定。如样品不能长期保存于容量瓶(如加氟盐等), 定容后应立刻置于聚乙烯烧杯(5.4)中, 在空气中暴露时间不超过 1h。

9.2 测定 pH 值大于 10 的强碱性样品时, 必须使用聚乙烯烧杯(5.4)。

9.3 酸度计(5.1) 1min 内读数变化小于 0.05 个 pH 单位即可视为读数稳定。

9.4 电极放入样品溶液后, 搅拌 5s 后立刻停止。搅拌是为了让样品溶液均匀, 并释放溶液中气泡, 防止干扰。测定中不可一直搅拌。

9.5 如产品标准中规定了测定时的温度, 按产品标准规定执行, 如未规定, 一般情况下, 测定时温度为 25℃。

9.6 使用过的标准缓冲溶液不允许再倒回原瓶中。

9.7 加实验用水(4.1)溶解样品时, 不可加热溶解。

《食盐中 pH 的测定》编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

1 任务来源

本项目是根据工业和信息化部行业标准制修订计划（工信厅科〔2023〕18号），计划编号 2023-0474T-QB，项目名称“食盐中 pH 值的测定”进行制定，主要起草单位：四川为众检测科技有限公司（国家轻工业井矿盐质量监督检测中心）等，计划应完成时间 2025 年。

2 主要工作过程

2.1 起草阶段：

从 2023 年 1 月起，主要开展了下列工作：①组建成立标准制订工作组。②组织学习，熟悉 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》有关规定及有关部门颁布的法规文件。③资料、样品的收集查询。④实验方法的验证。⑤资料分析整理、起草标准文本。⑥论证研讨、修改完善，形成征求意见稿。

二、标准编制原则和主要内容

（一）编制原则

本标准的修订符合产业发展的需要，充分考虑了产业发展现状、趋势及产品生产和使用方的要求，本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则制定了本标准。本标准的编写结构和内容编排等方面依据“标准化工作导则、指南和编写规则”系列标准的要求进行了编排。

（二）制定的主要内容

本文件规定了食盐产品中pH值的检测方法。

本文件适用于食盐产品pH值的检测。

1 原理及操作

1.1 原理

将规定的指示电极和参比电极或复合电极浸入同一被测溶液中，构成一原电池，其电动势与溶液的 pH 值有关，通过测定原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

1.2 操作

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。

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。

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 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，并将酸度计的温度补偿旋钮调至 25°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 1min。

三、主要试验（或验证）情况分析

1 条件实验

以选定的方法为基础，对测定方法过程中的诸多测定条件进行了条件试验，主要包括纯水对测定的影响、仪器预热对测定的影响、搅拌时间对测

定的影响、在空气中暴露时间对测定的影响等，并找到了其最佳的实验条件，并结合基础方法，确定了整个测定食盐中 pH 值的试验操作过程，如下：

将样品用无二氧化碳的水配制成 5%浓度的试验溶液。

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，将温度补偿旋钮调至标准缓冲溶液的温度处，用上述两种标准缓冲溶液校准酸度计。

将电极用水冲洗，再用样品溶液洗涤，调节样品溶液的温度至 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，并将酸度计的温度补偿旋钮调至 25°C ，将电极插入样品溶液，轻轻搅动使样品溶液均匀后放置，待仪器读数稳定后立刻读数（测得的 pH 值读数至少稳定 1min）。

2 干扰实验

2.1 离子强度对方法的影响

2.1.1 试验样品的制备

我们以优级纯氯化钠作为基础试剂，并在 600°C 条件下加热 2 小时，以除去少量的杂质，以此作为干扰试验的药品。

2.1.2 测定样品的 pH 值

将制备好的盐样按确定的检测方法测定其本身的 pH 值，结果为 7.02。从测定结果看，经过处理的盐样品的 pH 值基本为中性，与理论相符。

2.1.3 离子强度干扰试验

我们以氢氧化钠配制了一个 pH 值为 9.24 的溶液，在该溶液中加入不同量的经过处理的盐样，按我们确定的方法测定其 pH 值。

表 2 离子强度的影响测定

盐样浓度 (%)	0.00	0.5	1	5	10	15	20	25
pH	9.24	9.24	9.23	9.24	9.20	9.11	8.86	8.11

从测定数据可看出，随着离子强度的增加，pH 越来越趋于中性，这是因为不断增加的离子强度使溶液中可活动的自由离子浓度降低了，也就是活度降低了，导致 pH 趋于中性，但是当离子强度不高时，对 pH 值的测定几乎没有影响，但是考虑到如果样品称样量太少，不能真实反映出样品的酸碱情况，所以我们还是选定 5%为测定的样品浓度。

2.2 有机物对方法的影响

2.2.1 试验样品的制备

我们按照普通调味盐中主要成分，用花椒粉、辣椒粉、胡椒粉、味精按 1:1:1:1 的比例进行了有机成分的配比，并测定其 5%水溶液浓度时的 pH 值，为 5.73。

2.2.2 测有机物干扰试验

我们将处理过的盐样作为样品，配制成 5%的溶液，再在溶液中加入不同量的有机物，按确定方法测定其 pH 值。（有机物溶于水后，会出现水不溶物。考虑到水不溶物有可能会附着在电极玻璃球表面影响测定，所以对有水不溶物的样品均进行了过滤处理。）

表 3 有机物干扰试验 1

有机成分含量 (%)	0	1	3	5	7	10	15
pH	7.02	7.05	6.98	6.90	6.85	6.79	6.73

我们再以处理过的盐样为样品，配制成 5%的溶液，再在溶液中加入有机物，时有机物的浓度也为 5%，测定其 pH 值。

表 4 有机物干扰试验 2

有机物浓度 (%)	0	5
pH	7.02	5.71

从测定的结果可以看出，有机物的存在没有对样品的测定产生干扰，其测定结果与没有盐产品存在时一致，说明盐产品与有机物在测定中没有相互干扰影响。同时可以看出，由于盐样的水溶液的浓度只有 5%，而其中有机成分的含量最高 15%，所以实际配制好的样品中的有机物的含量是很少的，有机物本身的 pH 对盐样 pH 的影响也是比较小的。

3 方法准确度试验

我们有证标准物质为样品（编号 202181 证书值 9.08 ± 0.06 ），在溶液中加入处理过的盐样是样品浓度为 5%，按确定方法测定其 pH 值。

表 5 准确度试验

序号	1	2	3	4	5	6	7
pH	9.11	9.05	9.10	9.08	9.08	9.10	9.06

从多次测定的数据可以看出，测定的结果均在标准物质证书规定范围内，其准确度达到了 ± 0.03 。

4 方法精密度试验

我们收集了全国不同生产企业的多个样品，对其进行多次测定，结果如下。

表 6 精密度试验

厂家	pH						
A 企业	9.12	9.10	9.10	9.17	9.05	9.12	9.03
B 企业	8.88	8.94	8.85	9.03	9.00	8.92	8.90
C 企业	8.67	8.73	8.62	8.80	8.77	8.70	8.69
D 企业	8.46	8.55	8.49	8.50	8.59	8.60	8.52

E 企业	9.02	8.96	9.11	9.06	8.85	8.90	8.93
F 企业	8.55	8.72	8.58	8.59	8.64	8.66	8.61

从多次测定的数据可以看出，测定的结果稳定，精密度高，其精密度达到了 $\pm 0.10\text{pH}$ 。

5 方法测定范围试验

我们使用盐酸和氢氧化钠配制了不同 pH 值的溶液，并在溶液中加入处理后的盐样，使其浓度为 5%，并按确定方法进行测定。

表 7 方法测定范围试验

水溶液 pH 值	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0	11.0
测定值	4.03	5.05	5.95	7.03	7.99	9.01	10.02	10.97

考虑到盐产品的 pH 值范围不会超过试验区间，所以没有对食盐区间以外的 pH 值进行试验。从测定结果看，在试验范围内，测定结果均准确、可靠。所以其测定范围为 pH4.0~11.0。

6 方法确定

将样品用无二氧化碳的水配制成 5%浓度的试验溶液。

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，将温度补偿旋钮调至标准缓冲溶液的温度处，用上述两种标准缓冲溶液校准酸度计。

将电极用水冲洗，再用样品溶液洗涤，调节样品溶液的温度至 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，并将酸度计的温度补偿旋钮调至 25°C ，将电极插入样品溶液，轻轻搅动使样品溶液均匀后放置，待仪器读数稳定后立刻读数（测得的 pH 值读数至少稳定 1min）。如样品中含有有机物，样品配制好后过滤测定。

在检测方法条件下，离子强度和有机物对测定没有干扰。

该方法准确度 $\pm 0.03\text{pH}$ ，精密度 $\pm 0.1\text{pH}$ ，测定范围 $\text{pH}4.0\sim 11.0$ 。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期的社会效益、对产业发展的作用等情况

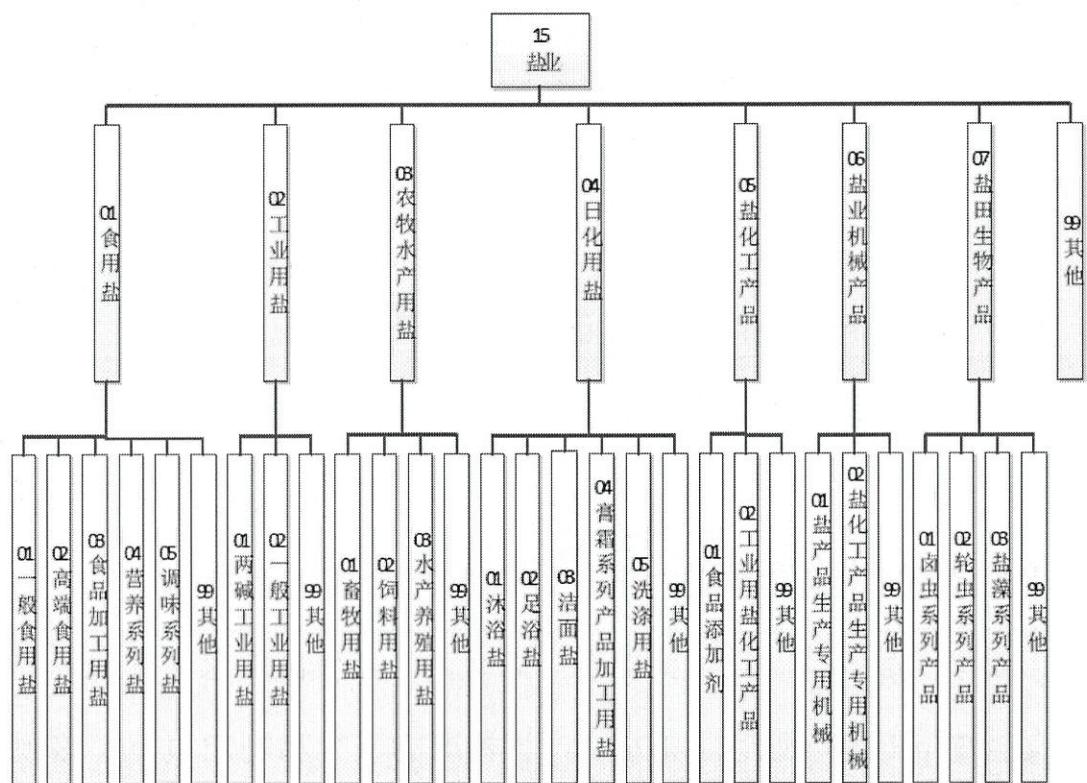
测定食盐产品中的 pH 值是盐行业标准化发展要求之一，该标准为食盐中 pH 值的测定制定了一套科学、适用的检测方法，保证了食盐质量的可控，有利于盐产品的高质量发展，有助于推动提升行业质量技术水平，也是实施消费工业“三品”战略的重要体现。同时，目前我国国家、行业标准中没有测定食盐中 pH 值的适用标准方法，该标准的研究和制定填补了该领域的空白，是对盐业标准体系的补充和完善。

六、与国际、国外对比情况

本标准没有采用国际标准或国外先进标准。本标准水平为国内先进水平。

七、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本专业领域的标准体系框架如图：



本标准属于盐业标准体系“01 食用盐”大类，“99 其他”中类，体系编号为“152950001000000012FF”。

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求与措施建议

建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

无。

十二、其它应予说明的事项

无。

