

Info

Die pH- Elektrode ist Umwelt- und Alterungsprozessen unterworfen. Aus diesem Grunde ist es nahezu unmöglich, über einen längeren Zeitraum absolut genaue pH- Werte zu messen. Aus diesem Grunde muss man vor der eigentlichen Messung eine Kalibrierung mit **mindestens zwei Pufferlösungen** mit bekanntem pH- Wert vornehmen.

Meist benutzt man als eine der Pufferlösungen die mit dem pH- Wert 7, da bei ihr die Elektrode laut Theorie 0,0 mV abgeben sollte. Der Knopf an dem man diesen pH- Wert regelt, ist bei unterschiedlichen Geräten beschriftet mit:

Offset, Buffer, Nullpunkt, DpH, Asymmetrie oder **pH = 7.**

Die zweite Pufferlösung sollte etwas jenseits des interessierenden Messbereichs liegen (für Säure-Base-Titrationen meist pH = 2 bzw. pH = 4). Der Knopf an dem man diesen pH-Wert regelt ist meist beschriftet mit Steilheit, Slope, pHX oder z.B.: pH = 4.

Achtung: Die pH- Elektrode (Einstabmesskette) ist ein höchstempfindlicher Messfühler. Die Membran ist aus sehr dünnem Glas. Daher sollte bei allen Messungen - besonders mit Magnetrührern - die Schutzkappe aufgesteckt sein. Die Elektrode sollte möglichst senkrecht stehen und zwischen den Messungen in einem Gefäß mit Wasser (Becherglas, 250 mL) aufbewahrt werden.

Prinzip

Theorie: (Genauerer siehe Arbeitsblatt - F00)

1. Hilfsspannung mit Potenziometer zur Kompensation des Asymmetriepotenzials ("Offset")
2. Regler zur Umwandlung der NERNST- Spannung in die entsprechenden pH- Einheiten („Faktor“)
(Bezeichnung des Reglers: "Temperatur")

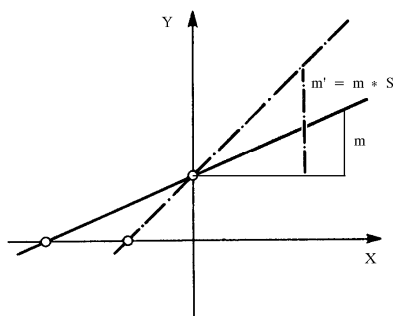


Abb.: Wirkung des Reglers Faktor

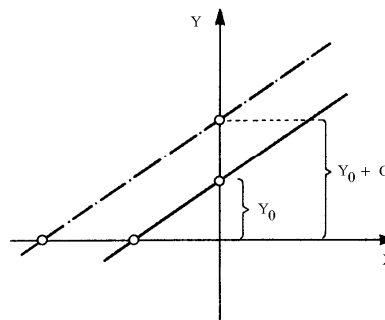


Abb. Wirkung des Reglers Offset

Es gibt verschiedene Möglichkeiten der Kalibrierung

1. **Allgemeine Beschreibung der Kalibrierung** (gilt eigentlich für alle pH-Messgeräte)
2. **manuelle Kalibrierung All-Chem-Misst** (alt) bis Modelljahr 1995
3. manuelle Kalibrierung All-Chem-Misst (alt) ab Modelljahr 1996
4. manuelle Kalibrierung All-Chem-Misst II
5. halbautomatische Kalibrierung All-Chem-Misst II

Natürlich kann man das Kalibrieren sehr komfortabel auch mit dem Programm:

AK Analytik 11 (Bestandteil **von AK Labor**)

durchführen.



1. Allgemeine Beschreibung der Kalibrierung (gilt eigentlich für alle pH-Messgeräte)

Vorbe-
reitung

- ▶ Die Geräte werden für die Kalibrierung aufgebaut. Die pH- Elektrode wird in ein 250 mL Becherglas mit etwa 150 mL dest. Wasser gestellt und in diesem auch zwischen den Messungen aufbewahrt.
- ▶ Der Normstecker der pH- Elektrode wird in die entsprechende pH- Buchse gesteckt.
- ▶ Das pH- Messgerät wird eingeschaltet.

Durch-
führung

Handgriffe	Kalibrierung mit Drehknopf
pH- Elektrode mit dest. Wasser abspülen, in die erste Pufferlösung (pH = 7) einstellen und eine geraume Zeit warten, bis der pH-Wert auf der Anzeige nahezu konstant ist.	Mit dem Knopf: Offset, Buffer, Nullpunkt, DpH, Asymmetrie oder pH = 7 solange drehen, bis der Wert auch in der Anzeige erscheint.
Elektrode wieder mit dest. Wasser abspülen, in die zweite Pufferlösung (z.B. pH = 2) einstellen und eine geraume Zeit warten bis zur Konstanz des angezeigten pH- Wertes.	Mit dem Knopf: Steilheit, Slope, pHX oder z.B.: pH = 4 solange drehen, bis der Wert auch in der Anzeige erscheint.

Tipp

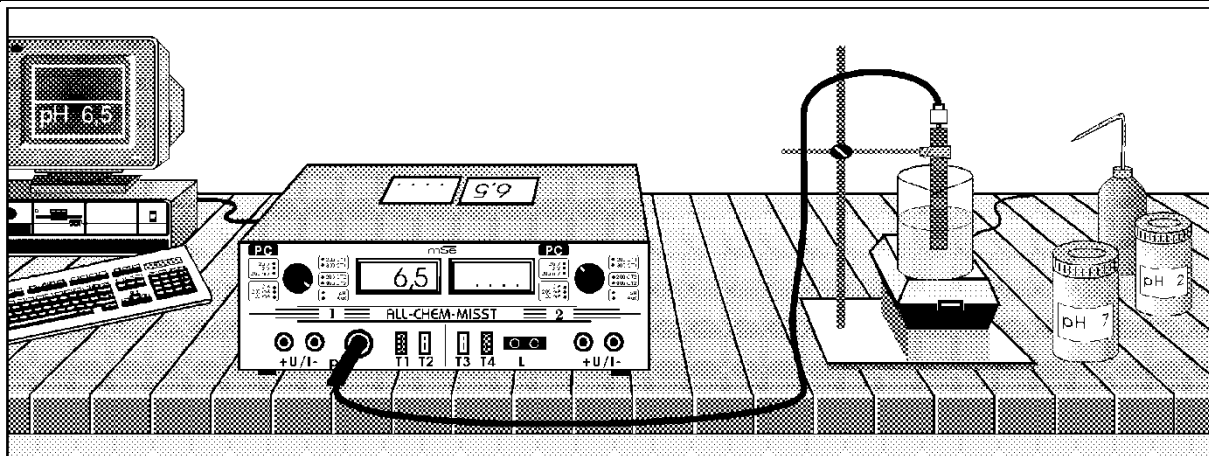
Waren die Abweichungen der Kalibrierungen sehr groß, ist es ratsam, die Kalibrierung zu **wiederholen**.

Hinweis

- ▶ Bei manchen Geräten fehlt der Knopf „Steilheit“, dann ist aber meistens ein Knopf „Temperatur“ vorhanden, mit dem man die Steilheit regeln kann.
- ▶ Bei Geräten mit eigener Anzeige ist diese Art der Kalibrierung ratsam, da sonst auf dem Computerbildschirm ein anderer pH-Wert angezeigt werden könnte, als auf dem pH- Messgerät.

2. Durchführung einer manuellen Kalibrierung: ALL-CHEM_MISST (alt) bis 1995

Vorbe-
reitung



Benötigte Geräte

- ALL-CHEM-MISST
- Computer
- Serielles Kabel
- pH-Elektrode
- Becherglas, 250mL
- Stativ
- Muffe
- Greiffklemme, klein
- Experimentierklotz

Verwendete Chemikalien

- Pufferlösung pH = 7
- Pufferlösung z.B. pH = 2
- Evtl. Pufferlösung pH = 4
- Evtl. Pufferlösung pH = 10
- Dest. Wasser

Vorbereitung der Kalibrierung

- Die Geräte für die Kalibrierung aufbauen.
- Die pH-Elektrode in ein mit etwa 150 mL dest. Wasser gefülltes 250 mL Becherglas stellen. Sie wird auch zwischen den Messungen hier aufbewahrt.
- Der Normstecker der pH-Elektrode in die entsprechende pH-Buchse am ALL-CHEM-MISST stecken.
- Darauf achten, dass beim ALL-CHEM-MISST der linke Schalter in Stellung „PC“ oder „pH“ steht!

Durch-
führung

Handgriffe	Kalibrierung mit Schraubenzieher
pH- Elektrode mit dest. Wasser abspülen, in die erste Pufferlösung (pH = 7) einstellen und eine geraume Zeit warten, bis der pH-Wert auf der Anzeige nahezu konstant ist.	Trimpotenziometer " <u>Offset</u> " Schaut man von vorne unter den ALL-CHEM-MISST, muss man die rechte Schraube solange drehen, bis auf der Anzeige pH = 7.00 erscheint.
Elektrode wieder mit dest. Wasser abspülen, in die zweite Pufferlösung (pH = 2) einstellen und eine geraume Zeit warten bis zur Konstanz des angezeigten pH-Wertes.	Trimpotenziometer " <u>Steilheit</u> " Schaut man von vorne unter den ALL-CHEM-MISST, muss man die linke Schraube solange drehen, bis auf der Anzeige pH = 2.00 erscheint.

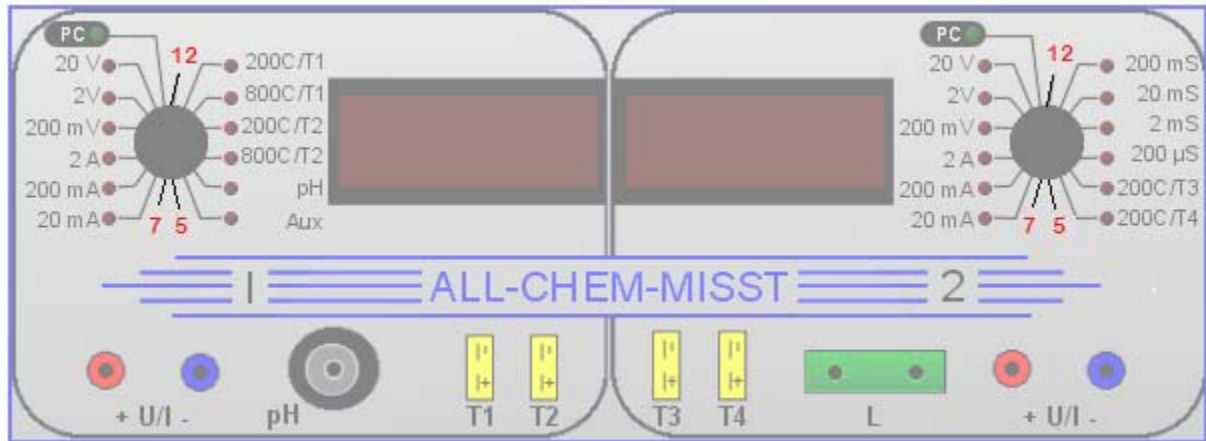
3. Durchführung der manuellen Komfort- Kalibrierung: (ALL-CHEM-MISST (alt) ab Baujahr 1996)

Achtung: Für diese Kalibrierung benötigt man unbedingt Pufferlösungen mit **pH = 7,0** und **pH = 4,0**

Info

Beim ALL-CHEM-MISST hat jeder Drehknopf 16 Stellungen, von denen aber nur 13 beschriftet sind.

Die drei Leerstellen sind hier in der Anleitung wie bei einem Wecker mit „5 Uhr“, „7 Uhr“ und „12 Uhr“ bezeichnet.



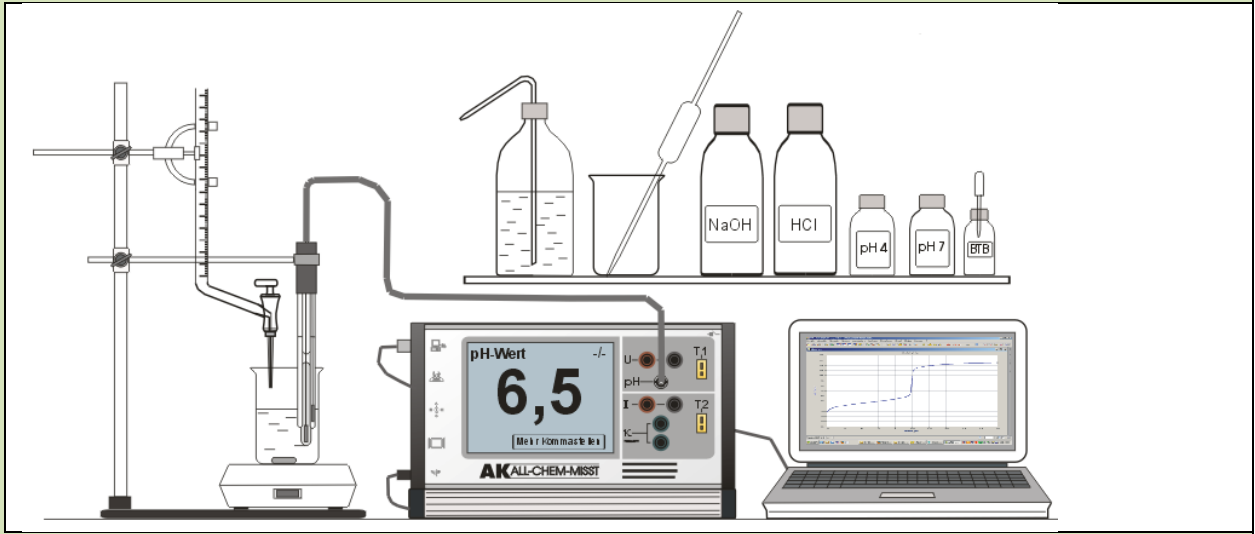
- Beim **normalen Einschalten** des ALL-CHEM-MISST sollte außer zum Kalibrieren **keiner der beiden Drehknöpfe auf einer Leerstelle** stehen.

Durchführung

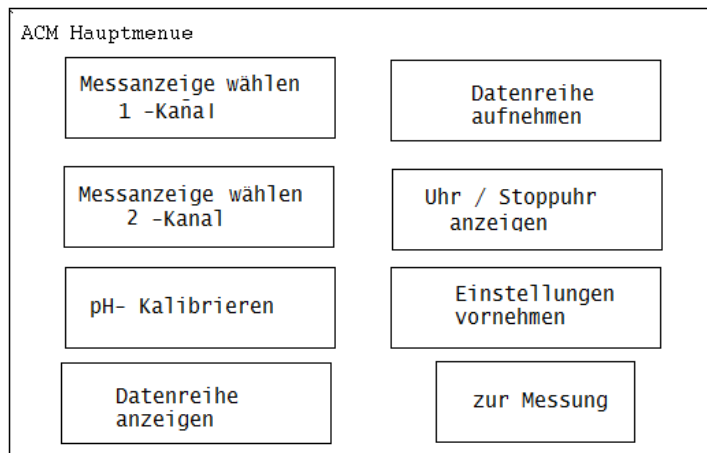
Handgriffe	Handgriffe am ALL-CHEM-MISST
pH-Elektrode mit dest. Wasser abspülen, in die erste Pufferlösung (pH = 7) einstellen und eine geraume Zeit warten, bis der pH-Wert auf der Anzeige sich kaum noch ändert.	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Gerät ausschalten ▶ linken Drehknopf auf „pH“ stellen ▶ rechten Drehknopf auf „7 Uhr“ stellen. ▶ Gerät einschalten Die LED für „pH“ blinkt die linke Anzeige zeigt „7.00“ und die rechte Anzeige den nicht korrigierten Messwert (mV). <ul style="list-style-type: none"> ▶ Ist der rechte Wert stabil, den rechten Drehknopf zügig im Uhrzeigersinn auf „PC“ stellen.
Elektrode wieder mit dest. Wasser abspülen, in die zweite Pufferlösung (pH = 4) einstellen und eine geraume Zeit warten bis zur Konstanz des angezeigten pH-Wertes.	<ul style="list-style-type: none"> ▶ rechten Drehknopf auf „5 Uhr“ stellen links wird nun „4.00“ angezeigt und rechts wieder der nicht korrigierte Messwert in mV. <ul style="list-style-type: none"> ▶ Ist der rechte Wert stabil, den rechten Drehknopf zügig im Uhrzeigersinn auf „PC“ stellen. ▶ den linken Drehknopf zügig im Uhrzeigersinn auf „PC“ stellen.

Damit ist die Kalibrierung beendet und der Messplatz steht für die eigentliche Messung zur Verfügung.

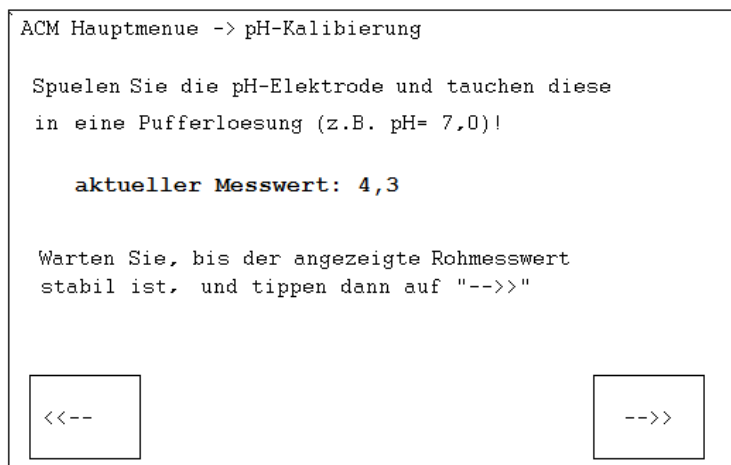
4. Manuelle Kalibrierung des All-Chem-Misst II



- ▶ Das Hauptmenü durch einen Druck auf eine beliebige Stelle des Touch-Panels aufrufen.
- ▶ pH-Kalibrieren durch einen Druck auf das entsprechende Symbol anwählen.

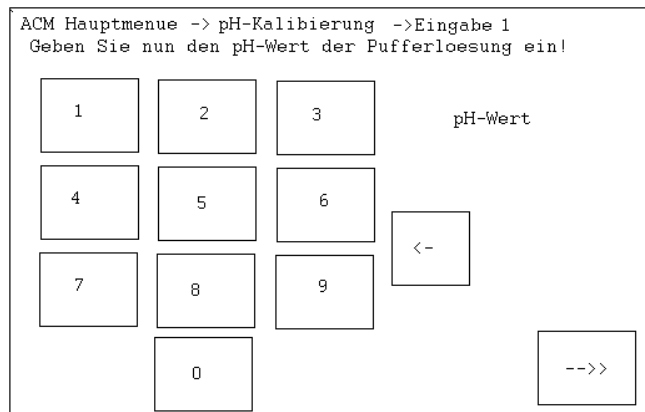


In diesem Menü wird der Benutzer durch eine 2-Punkt- Kalibrierungsroutine geführt: Ein Infotext beschreibt den jeweils notwendigen Schritt.





Die Kalibrierungsdaten werden über einen Nummernblock auf dem Display eingegeben.

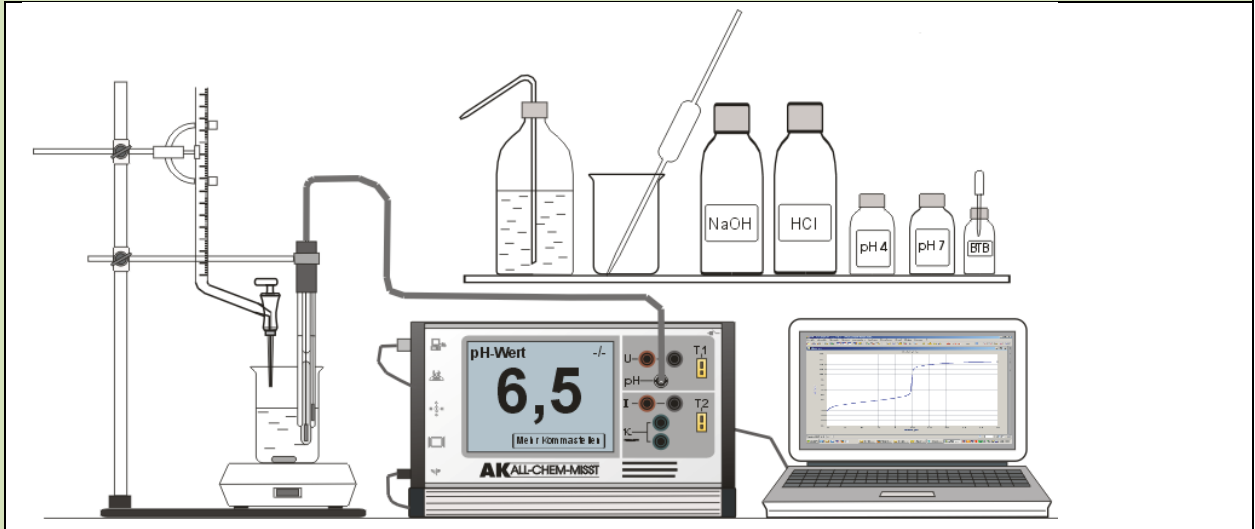


Die Infotexte für die Kalibrierung des zweiten Punktes sind entsprechend gestaltet.

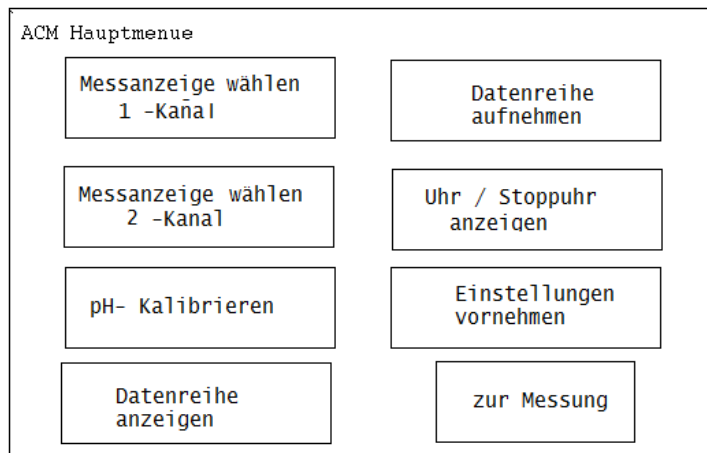
Hat man aus Versehen zweimal dieselbe Pufferlösung benutzt oder zweimal denselben pH-Wert eingetippt, erscheint eine entsprechende Fehlermeldung.

Nach der Kalibrierung werden die Kalibrierwerte dauerhaft im ACM gespeichert und das Gerät schaltet automatisch in die pH-Wert Messung.

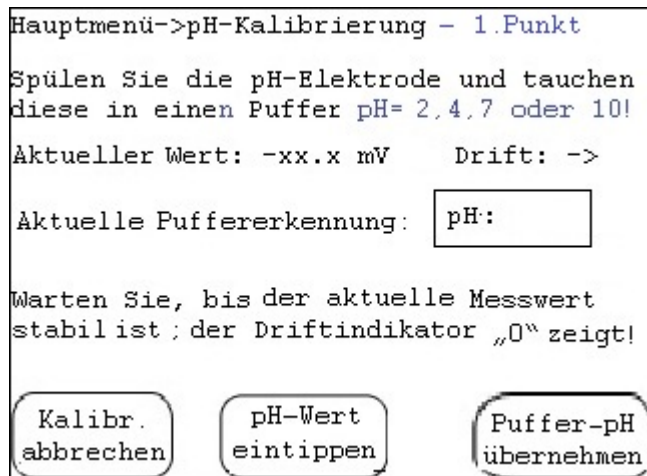
5. Halbautomatische Kalibrierung des All-Chem-Misst II ab Rev. 4.X



- ▶ Das Hauptmenü durch einen Druck auf eine beliebige Stelle des Touch-Panels aufrufen.
- ▶ pH-Kalibrieren durch einen Druck auf das entsprechende Symbol anwählen.



In diesem Menü wird der Benutzer durch eine 2-Punkt- Kalibrierungsroutine geführt: Ein Infotext beschreibt den jeweils notwendigen Schritt.



Sind Elektrode und Pufferlösung in Ordnung, wird der Puffer- pH erkannt und man bestätigt mit "Puffer-pH übernehmen". Hat die Pufferlösung einen anderen Wert, kann man ihn eintippen.

Die Kalibrierungsdaten werden über einen Nummernblock auf dem Display eingegeben.

Den pH-Wert der 1. Pufferlösung eingeben!

1	2	3	
4	5	6	
7	8	9	
	0	,	del
Kalibr. abbrechen		weiter	

Die Infotexte für die Kalibrierung des zweiten Punktes sind entsprechend gestaltet.

Hat man aus Versehen zweimal dieselbe Pufferlösung benutzt oder zweimal denselben pH-Wert eingetippt, erscheinen entsprechende Fehlermeldungen.

Hauptmenü->pH-Kalibrierung - 2. Punkt
Spülen Sie die pH-Elektrode und tauchen diese aber in eine andere Pufferlösung!
Aktueller Wert: -xx.x mV Drift: ->
Aktuelle Puffererkennung:

Die pH-Werte der Pufferlösungen sind (nahezu) identisch!

Kalibr.
abbrechen

Hauptmenü->pH-Kalibrierung

Die eingegebenen pH-Werte sind (nahezu) identisch!

Kalibr.
abbrechen

Nach der Kalibrierung werden die Kalibrierwerte dauerhaft im ACM gespeichert und das Gerät schaltet automatisch in die pH-Wert Messung.

Beachten:



Entsorgung

Ausguss -evtl. nach Neutralisation

Literatur

Analog F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988, S. 80, Verlag Dr. Flad, Stuttgart