

Vorinformation

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 Meßberkalibrieres liegen (für Säure Base Titrationsen 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.

Theorie: (Genauerer siehe Band A- Theorie - F00)

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

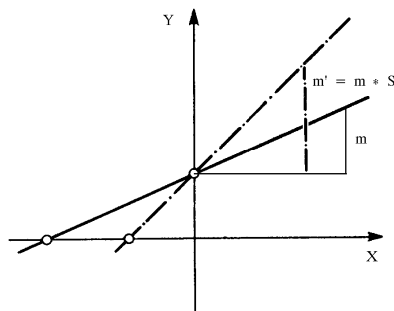


Abb.: Wirkung des Reglers Faktor

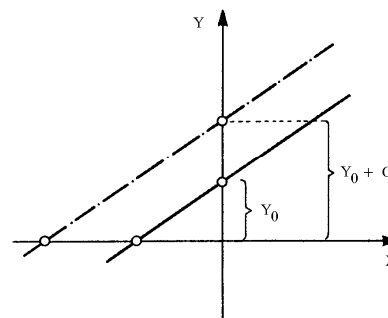


Abb. Wirkung des Reglers Offset

Es gibt verschiedene Möglichkeiten der Kalibrierung

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

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

AK Analytik.NET

durchführen.

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

Vorbereitung der Kalibrierung:

- Die Geräte werden entsprechend der 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.

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: <u>Offset</u>, <u>Buffer</u>, <u>Nullpunkt</u>, <u>DpH</u>, <u>Asymmetrie</u> 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: <u>Steilheit</u>, <u>Slope</u>, <u>pHX</u> oder z.B.: pH = 4 solange drehen, bis der Wert auch in der Anzeige erscheint

TIPP:

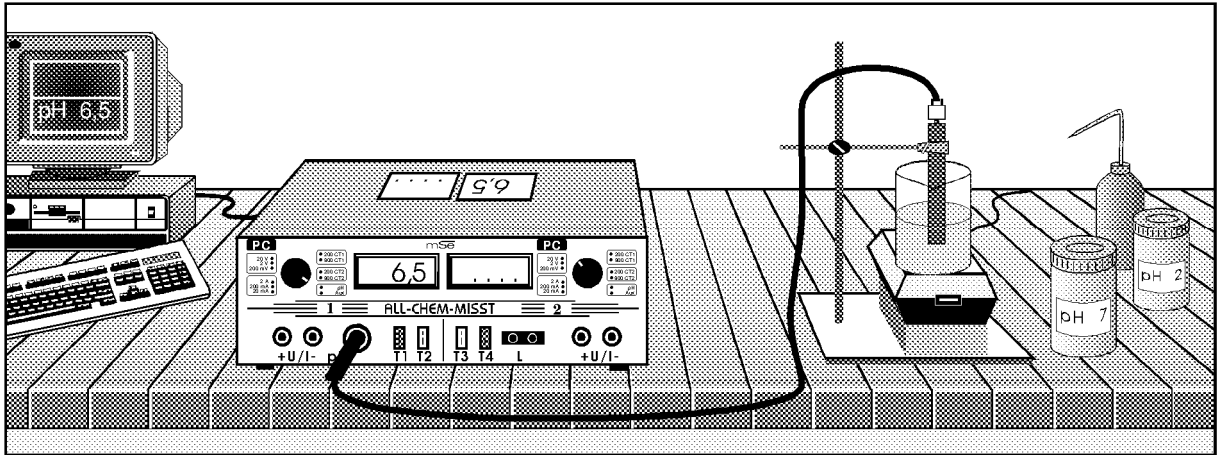
Waren die Abweichungen der Kalibrierungen sehr groß, ist es ratsam, die Kalibrierung zu wiederholen.

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

Versuchsaufbau:



Materialliste:

Geräte:

- | | |
|----------------------|----------------------|
| 1 Computer | 1 Stativ |
| 1 ALL-CHEM-MISST | 1 Muffe |
| 1 serielles Kabel | 1 Greifklemme, klein |
| 1 pH- Elektrode | 1 Experimentierklotz |
| 1 Becherglas, 250 mL | |

Chemikalien:

- Pufferlösung pH=7
- Pufferlösung z.B. pH=2
- evtl. Pufferlösung pH=4
- evtl. Pufferlösung pH=10
- dest. Wasser

Vorbereitung der Kalibrierung:

- Die Geräte werden entsprechend der 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.
- Achten Sie darauf, daß beim ´ALL-CHEM-MISST´ der linke Schalter in Stellung ´PC´ oder "pH" steht!

Handgriffe	Kalibrierung mit Drehknopf / 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.	Trippotentiometer " Offset " (schaut man von vorne unter den ALL-CHEM-MISST 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.	Trippotentiometer " Steilheit " (schaut man von vorne unter den ALL-CHEM-MISST die linke Schraube) solange drehen, bis auf der Anzeige pH= 2.00 erscheint.

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

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

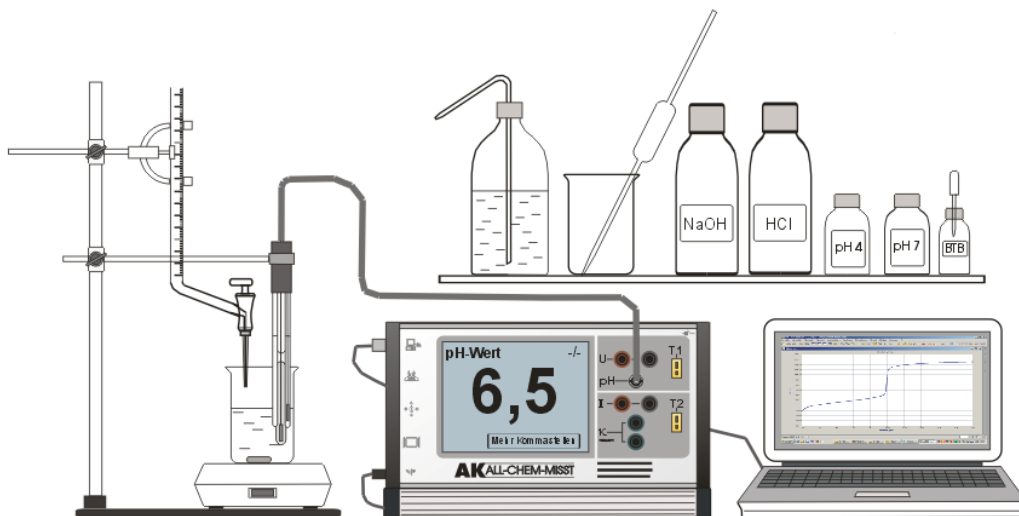
Achtung:	Für diese Kalibrierung benötigt man unbedingt Pufferlösungen mit pH = 7,0 und pH = 4,0
-----------------	---

- Beim ALL-CHEM-MISST hat jeder Kalibrierschalter 16 Stellungen, von denen aber nur 13 beschriftet sind.
- Die drei Leerstellen sind hier mit „5 Uhr“, „7 Uhr“ und „12 Uhr“ bezeichnet.
- Beim Einschalten des ALL-CHEM-MISST sollte außer zum Kalibrieren keiner der beiden Kalibrierschalter auf einer Leerstelle stehen.

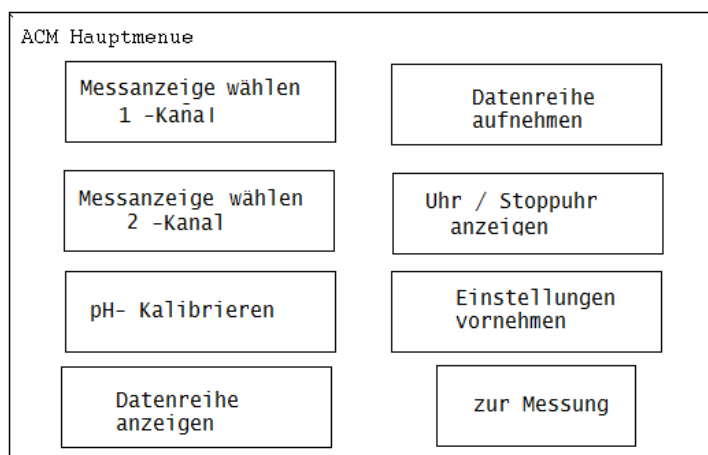
Handgriffe	Handgriffe am ALL-CHEM-MISST
<p>pH- Elektrode mit dest. Wasser abspülen, in die erste Pufferlösung (pH=7) einstellen und eine geraume Zeit warten, bis der pH-Wert auf der Anzeige sich kaum noch ändert.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Gerät ausschalten ➤ linken Kalibrierschalter auf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

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

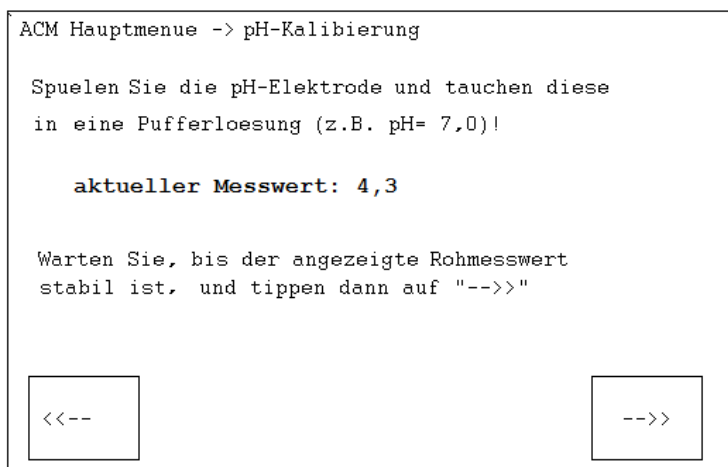
4. manuelle Kalibrierung des All-Chem- Mist II



- 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.

ACM Hauptmenue -> pH-Kalibrierung ->Eingabe 1
Geben Sie nun den pH-Wert der Pufferloesung ein!

1	2	3	pH-Wert
4	5	6	
7	8	9	
0			<-
			-->>

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 schaltet das Gerät automatisch in die pH-Wert Messung.

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