

pH-Messung: Sechs Tipps für die Praxis



Christian Haider

Der pH-Wert ist eine der wichtigsten Größen in der analytischen Chemie und daher auch eine der am häufigsten gemessenen. Für eine schnelle Überprüfung genügt in manchen Fällen schon ein einfacher pH-Teststreifen. Wird aber ein genauer Messwert benötigt, ist ein präzises pH-Meter erforderlich. Ein solches ist in nahezu jedem Labor vorhanden und in der Regel schnell einsatzbereit. Der gemessene pH-Wert kann direkt am pH-Meter abgelesen und oft auch gleich GLP-konform archiviert werden. Um sicherzustellen, dass der gemessene Wert auch richtig ist, sollten vor einer pH-Messung stets folgende Punkte berücksichtigt werden:

Metrohm Whitepaper

1. Das pH-Messgerät

Für möglichst genaue und reproduzierbare Messungen muss das pH-Meter gewisse Voraussetzungen erfüllen. Je nach gewünschter Genauigkeit sollte das pH-Meter eine Mehrpunkt-Kalibrierung über den pH-Bereich zulassen, in dem auch die Proben liegen. Zusätzlich muss die Temperaturkompensation des pH-Wertes gemäß der Nernst-Gleichung möglich sein. Schwankende Werte erkennt man idealerweise bei der Messung einfach im Display und verschiedene Optionen zur automatischen Übernahme des pH-Wertes sind möglich, entweder nach einem festgelegten Zeitintervall oder für maximale Reproduzierbarkeit sobald ein vordefiniertes Driftkriterium erfüllt ist. Ob die Probe gerührt wird oder nicht, reproduzierbare Ergebnisse erzielt man am besten mit einem fest installierten Messaufbau (Stativ, Rührer, Positionierung der Elektrode im Messgefäß).



2. Die pH-Elektrode

Die passende Elektrode ist in Abhängigkeit von der Probenbeschaffenheit (pH-Wert, Temperatur, Konsistenz, weitere Inhaltsstoffe) auszuwählen. Zu beachten sind insbesondere die Wahl eines geeigneten Referenzelektrolyten und Diaphragmas. Die universellsten Diaphragmen sind Schlifffdiaphragmen. Sie bestehen aus zwei perfekt geschliffenen Glasoberflächen, welche einen genau definierten Elektrolytausfluss ermöglichen und damit erhebliche Vorteile aufweisen: Neben der optimierten kreisförmigen Geometrie sind diese Diaphragmen praktisch unempfindlich gegen Verschmutzung und weisen eine sehr gute Signalstabilität auf. Das höchste Maß an Komfort kann mit einem Schlifffdiaphragma der easyClean-Technologie erreicht werden. Ein solches kann zum Reinigen durch einfaches Drücken des Elektrodenkopfes geöffnet werden. Dadurch ausfließender Elektrolyt reinigt den Schlifffzwischenraum. Ein interner Federmechanismus sorgt im Anschluss dafür, dass die Hülse mit sehr hoher Reproduzierbarkeit zurückgezogen wird, um so bei jeder Messung wieder einen gleichmäßigen Elektrolytausfluss und damit sehr reproduzierbare Ergebnisse zu gewährleisten.

3. Messsystem kalibrieren

Die Qualität einer pH-Messung steht und fällt mit der Kalibrierung des Messsystems (pH-Meter und pH-Elektrode). Es gilt: Je höher der Anspruch an die Genauigkeit, umso mehr Pufferlösungen müssen zur Kalibrierung verwendet werden! Der pH-Wert der Probe sollte in dem durch die Pufferlösungen abgedeckten pH-Bereich liegen. Pufferlösungen mit einem pH-Wert unterhalb von 7 sind für gewöhnlich sehr stabil, dagegen sind Puffer mit einem pH-Wert über 9 empfänglich für die Aufnahme von Kohlendioxid aus der Luft. Daher nur frische Pufferlösungen verwenden. Abhängig von der Häufigkeit der Kalibrierung sind entweder Flaschen mit größerem Volumen oder Sachets für den einmaligen Gebrauch erhältlich. Wichtig: Verwenden Sie niemals gebrauchte Pufferlösungen! Sie können in vorhergehenden Kalibrierungen kontaminiert worden sein.



4. Äußere Einflussgrößen

Sowohl der gemessene pH-Wert als auch die Zeit, die benötigt wird, um einen stabilen Messwert zu erhalten, sind von vielen Faktoren abhängig. Verändert sich während der Messung die Temperatur der Probe, kann dies bei einem Messgerät ohne Temperaturkompensation zu einer Veränderung beim gemessenen pH-Wert führen. Inhomogene Proben sollten vor (oder idealerweise während) der Messung gerührt werden, um einen für die Probe repräsentativen Messwert zu erhalten. Allerdings können die Rührgeschwindigkeit und die Position der pH-Elektrode im Messgefäß das Ergebnis beeinflussen.

5. Reinigung

Die pH-Elektrode ist in regelmäßigen Abständen mit geeigneten Reinigungslösungen zu säubern. Bei wässrigen Proben ist das Spülen mit deionisiertem Wasser in der Regel ausreichend. Wenn die Probe andere Verunreinigungen wie Proteine, Niederschläge, Fette usw. enthält, die Verunreinigungen mit einem geeigneten Lösungsmittel oder einer geeigneten Reinigungslösung entfernen. Wenn Spülen alleine nicht ausreicht, kann die Elektrode einige Stunden in die Reinigungslösung getaucht werden. Wichtig: Dazu muss die Einfüllöffnung für den Elektrolyten geschlossen und nach der Reinigung wieder geöffnet werden. Die Elektrode nach einer solchen Behandlung entweder in deionisiertem Wasser, oder in einer Aufbewahrungs- oder in Pufferlösung über Nacht bei geöffneter Einfüllöffnung konditionieren. Wichtig ist generell den Sensor ohne den Einsatz von Wischtüchern oder Bürsten zu reinigen, um mechanische Schäden an der pH sensitiven Glasmembran der Elektrode zu vermeiden.

6. Aufbewahrung

Die Lagerung von pH-Glaselektroden, die mit 3 molarer KCl-Lösung als Referenzelektrolyt gefüllt sind, ist kontrovers: Da Kaliumionen die Alterung der Glasmembran fördern, was zu immer längeren Ansprechzeiten führt, wäre die optimale Aufbewahrungslösung für Glas, um die Quellschicht ideal zu konditionieren, deionisiertes Wasser. Deionisiertes Wasser verdünnt jedoch die Elektrolytlösung im Diaphragma und verändert so die Ionenstärke lokal. Eine Konditionierung des Diaphragmas vor der Messung wäre notwendig, was einige Zeit in Anspruch nimmt. Für das Diaphragma ist die ideale Elektrolytlösung eine die die Elektrode ständig betriebsbereit hält. Die alkalifreie Aufbewahrungslösung von Metrohm löst genau dieses Problem: Die Glasmembran bleibt betriebsbereit und eine Konditionierung des Diaphragmas vor der Messung ist nicht notwendig. Elektroden welche mit einem anderen Referenzelektrolyten als 3 molarer KCl-Lösung befüllt sind, sollten in dem verwendeten Referenzelektrolyten aufbewahrt werden.

Referenz

[1] a. Elektrodenkatalog: Metrosensor-Elektroden
Download unter www.metrohm.de
(Dokument 8.000.5302DE)