ПРИЛОЖЕНИЕ 7: ИЗМЕРВАНЕ НА PH (САМО ЗА АПАРАТИТЕ С ВГРАДЕНА ФУНКЦИЯ)

1. ОБЩА ЧАСТ.

PH метъра е измервателен уред, който показва степента на киселинност или алкалност на разтвора. Измерва се по скала от 0 до 14. Терминът pH се извлича от математическия символ на отрицателния логаритъм “p” и химическия символ за водород H. Формалната дефиниция на pH е отрицателен логаритъм на активността на водородния йон.

2.PH ЕЛЕКТРОД.

За измерване на pH млекоанализаторът се нуждае от комбиниран електрод, съвместим с повечето pH електроди, които имат BNC конектори и нулев потенциал (pH, където миливолтовия изход на електрода е равен на 0) близо 7 pH.

2.1. Електрод.

Електродът е най-важната част от pH измерването. Стъклената мембрана на електрода е чуплива и с нея трябва да се борави внимателно. За да се защити стъклената мембрана и да се поддържа действието й, тя е покрита със защитна гумена капачка, съдържаща подходящ разтвор за съхранение.

2.2. Грижа за електрода и поддръжка.

pH електродите са чувствителни към замърсяване и трябва периодично да се почистват в зависимост от степента и условията на употреба. В никакъв случай не трябва да докосвате или търкате стъкленицата, тъй като това индуктира електричен заряд.

2.3. Съхранение.

За най-добри резултати съхранявайте pH стъкленицата мокра. Оптималният разтвор за съхраняване на комбинирания електрод е буфер с pH 4 (прозрачна, не розова) с 225 грама KCl на литър. Трапезна сол, NaCl, може да се използва ако няма KCl. Други буфери и чешмяна вода са също приемлива среда за съхранение, но избягвайте съхранение в дейонизирана вода. Защитната гумена капачка напълнена с буферен разтвор осигурява идеално съхранение за дълги периоди.

2.4. След употреба.

След като извършите измерването, изпълнете следната последователност от действия за съхранение:

- измийте електрода и еталонното съединение в дейонизирана вода;
- затворете отвора за допълване като върнете гумения пръстен или капачката за стопиране (необходими само за електроди с допълване);
- съхранете електрода, както е описано по-горе.

2.5. Подмяна на електролит (само за електроди с допълване).

Еталонният електролит има нужда да бъде подменян след продължителна употреба или когато вътрешният електролит е изсъхнал. За да го направите, изпълнете процедурата, детайлно описана по-долу:

- отстранете защитната гумена капачка или пръстен, за да откриете отвора за пълнене на електрода;
- извадете със спринцовка еталонния електрод;
- напълнете с нов електролит.

2.6. Подготовка на нов електролит:

- Отворете малкото шишенце с KCl;
- Добавете дейонизирана вода до ниво 20 ml;
- Затворете и разклатете, за да се разтвори KCl;
- Добавяйте свеж електролит докато стигне до нивото на отвора за допълване. Използваният еталонен електролит трябва да е 3M(МОЛ) KCl;
- Поставете обратно гумения пръстен.

2.7.Повторно използване на електрода.

- Измийте свръзката с дейонизирана вода.



Ако след тези стъпки не можете да възстановите нормалната чувствителност на електрода, може да се опитате да го обновите (Виж Обновяване)

2.8. Почистване на електрода.

Електродите, които механично са непокътнати могат да бъдат възстановени за нормална работа чрез една или комбинация от следните процедури.

- *депозит от соли:*
Разтворете наслояванията чрез потапяне на електрода в чешмяна вода за около 10 до 15 минути. Цялостно изплакнете с дейонизирана вода.

- *наслояване на масло/грес*
Измийте pH електрода във вода и малко измиващо вещество. Върха на електрода измийте с дейонизирана вода.

- *запушена еталонна връзка.*
PH електродите имат връзка, която позволява вътрешния разтвор от измервателния електрод да изтече навън в измервания разтвор. Връзката може да се запуши от частици в разтвора. Ако имате подозрение за запушване на връзката, най-добре е да я почистите.
Нагрейте разтвор на KCl до 60-80°C. Поставете сензорната част на pH електрода в разтвора за около 10 минути. Оставете електрода да се охлади докато е в незагрят разтвор на KCl.

- *наслояване на протеини.*
Подгответе 1% пепсинов разтвор в 0.1 M HCl. Оставете електрода за 10 минути. Изплакнете с дейонизирана вода.

2.9. Задействане на електрода.
Ако сте спазвали стриктно процедурите за съхранение и поддръжка, електродите могат да се използват веднага. Ако електрода не отчита нормално, възможно е да е дехидратирал. Може да се възстанови като натопите електрода в идеален разтвор за съхранение (например буфер pH 4 разтвор) за 1-2 часа. Ако не успеете, електродът се нуждае от реактивиране.

2.10. Обновяваща процедура.
- Потопете или разбъркайте с електрода във фреон или алкохол за 5 мин;
- Оставете в чешмяна вода за 15 минути;
- Потопете и разбъркайте в концентрирана киселина (HCl, H_2SO_4) за 5 минути;
- Оставете в чешмяна вода за 15 минути;
- Потопете и разбъркайте в силна основа (NaOH) за 5 минути;
- Оставете в чешмяна вода за 15 минути;
- Тествайте в стандартен калибриращ разтвор.

Най-накрая тествайте със стандартен калибриращ буферен разтвор, за да видите дали се получават приемливи резултати. Може да повторите максимум 3 пъти. Ако не се подобри, това

означава, че това е била продължителността на живот на електрода. Заменете го с нов.

2.11. Продължителност на живот на електрода.

Заради присъщите им свойства, електродите имат ограничена продължителност на живот. Колко ще продължи, зависи от това как се борави с него и какъв разтвор измерва. Даже и да не се използва, електродът старее.

Обикновено износването се характеризира с неточни резултати или такива, които не се променят. При появата им електродът вече не може да се калибрира. РН електродите са чупливи и с ограничена продължителност на живот. Колко дълго ще са използваеми зависи от това как се поддържат и какво е приложението. Колкото е по-груба системата, толкова по-кратък е животът на сондата. По тази причина е добра идеята да имате подръка резервен електрод, за да избегнете престои.

3. БУФЕРНИ РАЗТВОРИ

Буферите са разтвори, които имат постоянни pH стойности и способност да устояват на промените в нивото на pH. Те се използуват за калибриране на системи за измерване на pH.

Буферни разтвори (стандарт Pharmacopoeia)

За калибриране да се използуват само тези типове буферни разтвори!

Описание	pH 7.00±0,01/20ºC	PH 4.00±0,01/20ºC
Състав	Меден двуводород фосфат, двунатриев водород фосфат	Боракс, разтвор на натриев хидроксид
Температурни характеристики	10ºC - 7.06 25ºC - 6.99 20ºC - 7.00 30ºC - 6.98 40ºC - 6.95 50ºC - 6.91	10ºC - 4.00 25ºC - 4.00 20ºC - 4.00 30ºC - 4.00 40ºC - 4.00 50ºC - 4.05

4. КАЛИБРИРАНЕ НА РН ЕЛЕКТРОДА

РН електродите са като батериите, те се изтощават с течение на времето и с използуването им. Тъй като електродът старее,

стъклото му променя съпротивлението си. Ето защо електродите имат нужда от периодично калибриране. Коригират се след калибриране в pH буферен разтвор. Калибрирането е важна част от поддръжката на електрода. Осигурява коректна работа не само на електрода, но и на системата.
Обикновено pH метрите изискват калибриране по 2 специфични pH стойности.Едната калибровка се осъществява обикновено при pH 7, втората pH5.



Най-добре е да изберете буфер, колкото е възможно по-близък до действителната pH стойност на измерваната проба. Използвайте стандартни калибриращи буфери.

За електродите, с които стандартно се комплектова млекоанализатора прочетете следващата информация:

Изходите на pH електродите варират в зависимост от температурата по начин, предвидена в теорията. Когато има необходимост Sensorex може да достави държачи на pH електродите с вградени температурни компенсатори. Нуждата от автоматична компенсация зависи от варирането в температурата, от измерената стойност на pH и нужната точност на измерване.
Както се вижда от следващата таблица, грешката в pH, дължаща се на температурата е функция, както на температурата, така и на измерената стойност на pH. При pH от около 7 няма грешка, дължаща се на температурата и, разбира се, при постоянна температура няма такава грешка. Колкото повече се променя температурата от тази на околната среда при калибриране, толкова повече pH се отклонява от 7, толкова по-голяма е pH грешката.
Дали има нужда от температурна компенсация се определя от изискванията за точност за съответното приложение. Например, за измерване на pH в отпадни води, където варира между 5 и 9 и температура, вариращa между 5 и 45 °C, максималната грешка за pH е 0.12. Ако нужната точност е 0,5 pH, тогава няма нужда от автоматична компенсация. Или, в измервана течност, където pH варира от 5 до 11 и температурата между 25 и 75°C, грешката е 0,6 pH и може би има нужда от автоматична компенсация.

Таблица за температурна грешка на pH

°C	pH										
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

5	.30	.24	.18	.12	.06	0	.06	.12	.18	.24	.30
15	.15	.12	.09	.06	.03	0	.03	.06	.09	.12	.15
25	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0
35	.15	.12	.09	.06	.03	0	.03	.06	.09	.12	.15
45	.30	.24	.18	.12	.06	0	.06	.12	.18	.24	.30
55	.45	.36	.27	.18	.09	0	.09	.18	.27	.36	.45
65	.60	.48	.36	.24	.12	0	.12	.24	.36	.48	.60
75	.75	.60	.45	.30	.15	0	.15	.30	.45	.60	.75
85	.90	.72	.54	.36	.18	0	.18	.36	.54	.72	.90

0 pH грешка по-малко от .1 pH грешка

5. PH - ПОЛЕЗНА ИНФОРМАЦИЯ

За най-висока точност при измерване на pH, следвайте следните съвети:

- За измерване на пробите използувайте същата технология, с която сте калибрирали;
- Стриктно спазвайте продължителността на разбъркване на пробите, времената и условията;
- Периодично калибрирайте pH електрода, например веднъж дневно за точност 0.05 pH;
- За калибриране използувайте свежи буфери. Избягвайте замърсяването на буферните разтвори и не ги използувайте след изтичане срока им на годност;
- Поддържайте всички връзки сухи;
- Потапяйте електрода достатъчно дълбоко в разтвора, за да сте сигурни, че еталонното съединение е под повърхността;
- Оставете достатъчно дълго време електрода да се стабилизира в стандартни и пробни буфери преди да отчетете резултатите;
- Периодично почиствайте електрода. За по-стари електроди оставете по-дълго време на действие;
- Не използувайте pH електрода в разтвори с флуоридни йони при ниско pH. Това ще надраска стъклената мембрана;
- Сулфидни изпарения могат да проникнат в електрода и да замърсят еталонния елемент. Сведете до минимум контактът с такава среда и често сменяйте еталонния електролит.

Млечна киселинност и pH

В следната таблица е показана връзката между стойността на pH и °T

°T	отклонения	pH	°T	отклонения	pH

		средна стойност			средна стойност
Сурово мляко			Пастьоризирано мляко		
16	6,74-6,70	6,72	16	6,68-6,64	6,66
17	6,69-6,65	6,68	17	6,63-6,58	6,61
18	6,64-6,58	6,62	18	6,57-6,52	6,55
19	6,57-6,52	6,55	19	6,51-6,46	6,49
20	6,51-6,46	6,49	20	6,45-6,40	6,43
21	6,45-6,40	6,43	21	6,39-6,35	6,37
22	6,39-6,35	6,37	22	6,34-6,30	6,32
23	6,34-6,30	6,32	23	6,29-6,24	6,26
24	6,29-6,24	6,25	24	6,23-6,19	6,21

6. Подготовка на уреда за измерване на pH

Уредът, при наличие на опция pH измерване, пристига със сонда, отделно от апарата, в транспортната кутия, а на мястото й има поставен стопер. Ако желаете да измервате pH изпълнете последователността от следните действия:

1. развъртете обратно на часовниковата стрелка.
2. извадете стопера

Фиг.14 Отстраняване на стопера

Първо разхлабете гайката

После издърпайте стопера



3. внимателно поставете сондата като внимавате да не извадите уплътняващия пръстен.
4. вкарайте сондата с гайката в отвора до упор, затегнете гайката:

Много е важно затягането на гайката, така че да се предотврати попадането на въздух в системата.

Ако няма да работите с анализатора повече от 2 дни, задължително трябва да извадите pH сондата и да поставите стопера.Сондата да се съхранява отделно съгласно т.2.3 от Приложение 3.



Фиг. 15 Поставяне на сондата



7. ИЗМЕРВАНЕ НА PH

Измерването на pH е допълнителна възможност на анализатора и се предоставя след заявка от потребителя.
Измерването може да става в два режима:

Off line чрез стартиране на менюто **pH & Co Meter | Measuring**, при което анализаторът работи само като pH метър.

On line автоматично измерване на pH по време на измерване на останалите параметри на пробата.

При започване на работа с pH метъра първо включете сондата, а след това включете захранването на прибора.

Като се има предвид инертността на процеса на измерване на pH при отделните измервания е необходимо да се постави pH сондата в пробата, а след това да се натисне бутона **Enter**.

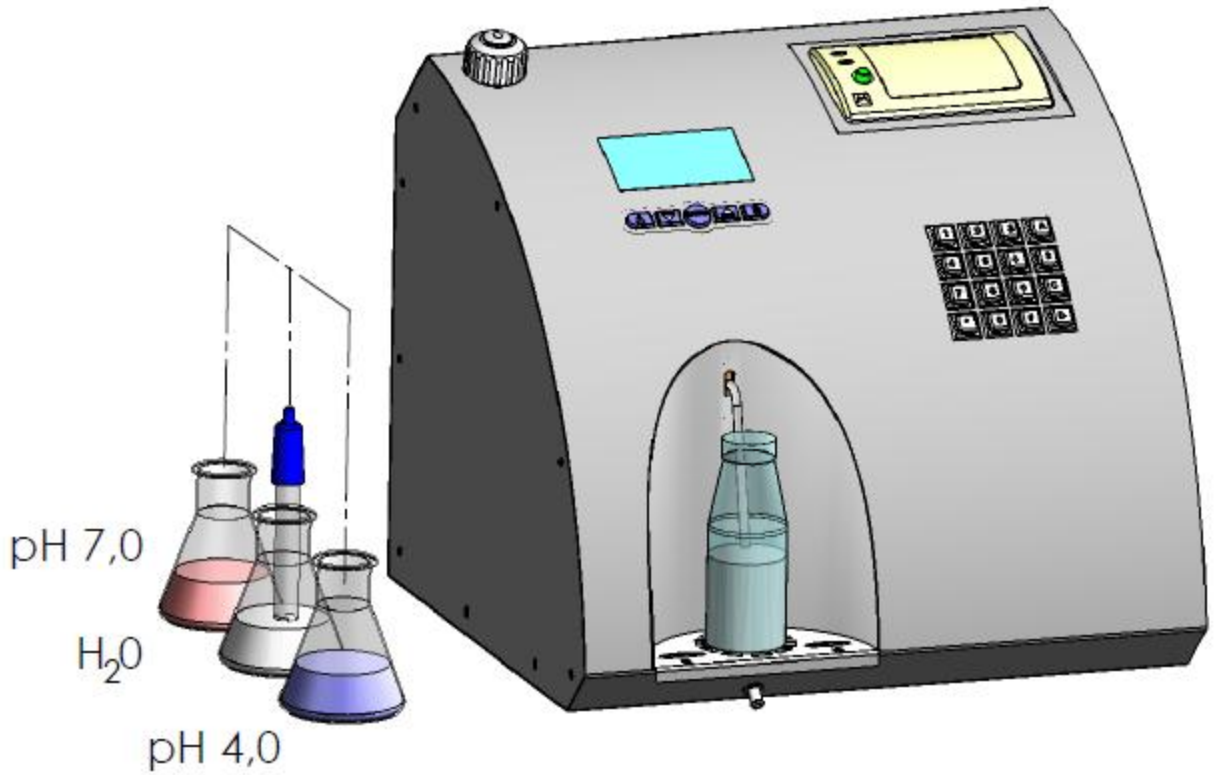
След стартирането на меню **pH & Co Meter** на екрана се извежда следната информация:

pH Calibration
pH Measuring
pH En/Disable
pH U Display
----
pH Test
Co Meter Calibr
Co Meter Test
Co Meter En/Dis

Exit

8. PH CALIBRATION.

Фиг. 16 Калибрационни буфери



Извадете сондата от гнездото. Може и да не слагате гайката и да не я завивате, защото по време на калибровка апарата не засмуква.
Служи за калибриране на pH метъра. За целта се използват 2 еталонни буфера, Low buffer (например 5.00 pH) и High buffer (например 7.00 pH). Процедурата е следната:

Моля, използвайте тази процедура, само в случай че имате достатъчно количество от буферите за калиброване, тъй като те не могат да се използват отново.
Ако нямате достатъчно от буферите, поставете сондата в съдове близо до уреда, както е показано на Фиг. 14.

1. Стартира се меню **Calibration.**
2. Поставя се сондата в буфера, отговарящ на изопотенциалната точка на сондата (в повечето случаи е 7.00)
3. Чрез бутоните на анализатора въведете точната стойност на буфера. За сондите, с които се комплектова анализатора

изопотенциалната точка на сондата винаги е 7.00. На екрана се извежда следното:

pH Calibr **Put Izopot buff** **Buf=xx.xxx**

4. Въведете стойността на буфера, при който сондата се намира в изопотенциалната си точка и с който са комплектовани нашите сонди.
След това на екрана се появява:

pH Calibr **Put Izopot buff** **Buf=xx.xxx** **V=x.xxxV Set**

Където **x.xxxV** е измереното напрежение от сондата.
5. След успокояване на показанията, натиснете бутона под надписа **Set**.
6. Повторете процедурата с **Next buffer**, след което се извежда съобщение:

pH Calibr OK

с което се показва, че процедурата по калибриране на анализатора е приключила успешно. Така калибриран прибора е готов за измерване.

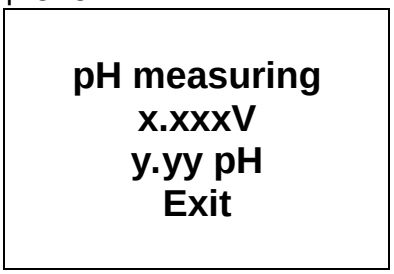


Започвайте тази калибровка само при наличие на достатъчно количество буфери, тъй като те не могат да се използват повторно.

7. Автоматично се преминава в режим **pH measuring**.
8. Проверете правилността на калибровката като измерите буферен разтвор 7.00.

9. PH MEASURING.

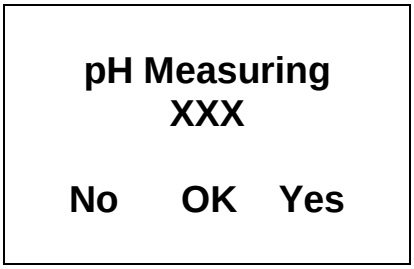
След стартирането на това меню, се преминава към измерване на pH в off line, т.е. анализаторът работи само като pH метър. Операторът трябва да поставя сондата в желаната проба. На екрана се извежда следното:



Където:
x.xxx – измереното от сондата напрежение
y.yyy – измереното pH на пробата
С натискане на бутона **Exit**, операторът може да излезе от програмата и да премине към по-горното меню.

10. PH EN/DISABLE

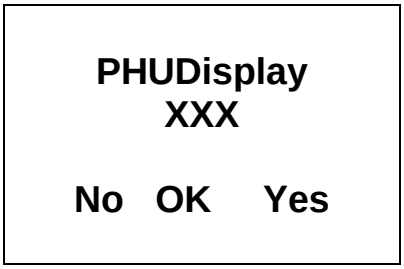
Ако не искате да измервате pH по време на нормалната работа на анализатора - On line или не е включен сензор, за да не се показват невалидни резултати по време на измерване на мляко, имате възможност да разрешите/забраните показването на напрежението на pH сондата. След стартиране на **pH En/Disable** на екрана се появява следното:



Където **XXX** е текущото състояние на режима на работа. С натискане на бутоните под съответния надпис, може да се променя, като **Yes** – означава, че по време на нормалната работа на прибора – измерване на останалите параметри на пробата ще се извършва и измерване на показателя pH. Ако бъде избрано **No**, измерване на pH няма да има.

11. PH U DISPLAY

Служи за разрешаване или забраняване на показването на напрежението на pH сондата по време на измерване на pH показателя. След стартиране на екрана се появява следното:



Където **XXX** е текущото състояние на режима на показване. С натискане на бутоните под съответния надпис, може да се променя, като **Yes** – означава, че по време на показателя pH ще бъде показвано напрежението от сондата.
Ако бъде избрано **No**, показване няма да има. Това се отнася за двата режима на измерване.

12. PH TEST

Служи за тест на системата за измерване в производствен режим.