

899 Coulometer



Manual

8.899.8001PT / 2020-02-25



Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Suíça

Telefone +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

info@metrohm.com

www.metrohm.com

899 Coulometer

Manual

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau
techcom@metrohm.com

Todos os direitos autorais desta documentação são protegidos. Todos os direitos reservados.

Esta documentação foi cuidadosamente elaborada. No entanto, ainda pode conter erros. Nesse caso, solicita-se o envio de comunicação sobre eventuais erros ao endereço acima indicado.

Índice

1	Introdução	1
1.1	Descrição do aparelho	1
1.1.1	Conexões	1
1.1.2	Aplicação devida	2
1.2	Indicações sobre a documentação	2
1.2.1	Convenções de apresentação	2
1.3	Notas de segurança	3
1.3.1	Generalidades relativas à segurança	3
1.3.2	Segurança elétrica	3
1.3.3	Conexões de mangueiras e conexões capilares	4
1.3.4	Solventes inflamáveis e produtos químicos inflamáveis	5
1.3.5	Reciclagem e Eliminação	5
2	Visão geral do equipamento	6
2.1	Parte frontal	6
2.2	Parte traseira	7
3	Instalação	8
3.1	Instalar o aparelho	8
3.1.1	Embalagem	8
3.1.2	Controle	8
3.1.3	Local de instalação	8
3.2	Configurar a célula de titulação para coulometria	9
3.2.1	Colocar a célula de titulação	9
3.2.2	Preparar a célula de titulação	9
3.2.3	Montar tubo de adição e aspiração (uso com Ti Stand)	13
3.2.4	Utilizar a célula de titulação com o forno Karl Fischer	14
3.2.5	Utilizar uma célula de titulação com um trocador de amostras	14
3.3	Conectar o coulômetro à alimentação de energia	14
3.3.1	Conectar a fonte de alimentação	14
3.3.2	Conectar a Power Box	16
3.4	Conectar sensores	17
3.4.1	Conectar eletrodo gerador	17
3.4.2	Conectar o eletrodo indicador	19
3.4.3	Conectar sensor de temperatura	20
3.5	Conectar agitador adicional	21
3.6	Conectar balança	22
3.7	Conectar teclado, impressora ou outros equipamentos USB	24

5.10	Resultados	57
5.11	Estatística	58
5.12	Imprimir relatório manualmente	60
5.13	Controle manual	61
5.13.1	Agitar	62
6	Configurações do sistema	63
6.1	Configurações básicas	63
6.2	Gerenciar variáveis comuns	66
6.2.1	Geral	66
6.2.2	Editar as variáveis comuns	66
6.3	Gerenciador de arquivo	67
6.4	Configurar equipamentos externos	69
6.5	Diagnóstico dos equipamentos	72
6.5.1	Abrir as versões do programa e os arquivos de idiomas	72
6.5.2	Funções de diagnóstico	73
7	Parâmetros	74
7.1	Titulações coulométricas Karl Fischer (KFC)	74
7.1.1	Condicionar	74
7.1.2	Condições iniciais	76
7.1.3	Parâmetros de controle	77
7.1.4	Parâmetros de titulação	80
7.1.5	Condições de parada	82
7.1.6	Cálculo	83
7.1.7	Estatística	87
7.1.8	Relatórios	87
8	Solução de problemas	89
8.1	Titulação Karl Fischer	89
8.2	Diversos	91
9	Anexo	93
9.1	Velocidade de agitação	93
9.2	Balança	93
9.3	Dispositivos USB	94
9.3.1	Teclado USB numérico 6.2147.000	94
9.3.2	Ocupação das teclas de um teclado USB	95
9.3.3	Mouse do computador	96
9.3.4	Impressora	96
9.4	Parâmetros de controle e corrente de polarização	97
9.5	Exemplos de métodos para o trabalho com o forno Karl Fischer	98

Índice de figuras

Figura 1	Parte frontal 899 Coulometer	6
Figura 2	Parte traseira 899 Coulometer	7
Figura 3	Colocar a célula de titulação (coulometria)	9
Figura 4	Encher o tubo de adsorção	10
Figura 5	Montar a célula de titulação (coulometria)	11
Figura 6	Montar tubo de adição e aspiração	13
Figura 7	Conectar a fonte de alimentação	15
Figura 8	Conectar a Power Box	16
Figura 9	Desparafusar tampa do eletrodo gerador	18
Figura 10	Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo gerador	18
Figura 11	Conectar eletrodo gerador	18
Figura 12	Desparafusar tampa do eletrodo indicador	19
Figura 13	Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo indicador	19
Figura 14	Conectar o eletrodo indicador	20
Figura 15	Conectar sensor de temperatura	20
Figura 16	Conectar o agitador	21
Figura 17	Conectar balança através da RS-232/USB Box	22
Figura 18	Conectar equipamentos USB	24
Figura 19	Conectar pen drive USB	26
Figura 20	Conectar teclado USB 6.2147.000 com pen drive USB e impres- sora	27
Figura 21	Conectar Hub USB com pen drive USB, impressora e RS-232/USB Box 6.2148.030	27
Figura 22	Conectar o cabo Remote	28
Figura 23	Campo de teclas 899 Coulometer	37
Figura 24	Estrutura de diretórios no pendrive USB	68
Figura 25	Rotação dependendo da velocidade de agitação	93
Figura 26	Parâmetros de controle e corrente de polarização	97
Figura 27	Ocupação do(s) pino(s) da tomada Remote e do plugue Remote ...	101
Figura 28	Diagrama do status remoto	102
Figura 29	Conectar a interface RS-232/USB Box ao computador	103

1 Introdução

1.1 Descrição do aparelho

O 899 Coulometer é um titulador para determinação coulométrica do teor de água pelo método Karl Fischer. Há modelos de métodos que já estão configurados, faltando apenas alguns parâmetros. É possível alterar métodos e salvá-los com um novo nome. É possível também exportar os métodos para um pen drive USB conectado. Esta função permite que os métodos sejam copiados de forma rápida e simples de um aparelho para um outro.

O 899 Coulometer está equipado com um agitador magnético integrado, visível na parte superior do aparelho. A célula de titulação (coulometria) pode ser instalada de forma confortável sobre o agitador magnético. Graças à sua estrutura compacta é possível utilizar o aparelho em espaços reduzidos como aparelho de titulação autônomo. A interface Remote possibilita, além disso, a conexão de um trocador de amostras com módulo de forno e a determinação automatizada.

De forma alternativa à alimentação de energia com a fonte de alimentação fornecida, o 899 Coulometer pode ser operado com o auxílio de um acumulador (uma denominada Power Box). A Power Box pode ser adquirida como opção. Ela é especialmente apropriada para o uso em ambientes com alimentação de energia instável ou sem alimentação de energia.

1.1.1 Conexões

O aparelho possui as seguintes conexões:

- **Conexão elétrica**
Para conectar à rede de energia com ajuda da fonte de alimentação fornecida ou para conectar à Power Box 6.2164.500.
- **Conexão MSB (Metrohm Serial Bus)**
Para conectar um agitador adicional.
- **Conexão USB (OTG)**
Através do adaptador 6.2151.100, é possível, por exemplo, conectar uma impressora, um pen drive USB ou um teclado USB.
- **Conexões de sensores**
Três conexões para os seguintes tipos de sensor:
 - Eletrodo duplo de platina
 - Eletrodo gerador
 - Sensor de temperatura (Pt1000)
- **Tomada de aterramento**
Para aterramento do coulômetro.

- **Conexão Remote**

Para conectar aparelhos com interface Remote (por exemplo, o 885 *Compact Oven SC*).

1.1.2 Aplicação devida

O 899 Coulometer foi desenvolvido como aparelho de titulação em laboratórios analíticos. Seu campo de aplicação é a determinação coulométrica do teor de água pelo método Karl Fischer.

O presente aparelho é adequado para o processamento de produtos químicos e amostras inflamáveis. A utilização do 899 Coulometer requer, por parte do usuário, conhecimentos profundos e experiência no manuseio de substâncias tóxicas e corrosivas. Além disso, são necessários conhecimentos sobre a utilização das medidas de proteção contra incêndio especificadas para laboratórios.

1.2 Indicações sobre a documentação



CUIDADO

Leia esta documentação com atenção antes de colocar o aparelho em funcionamento. Esta contém informações e avisos que devem ser seguidos pelo usuário para garantir um funcionamento seguro do aparelho.

1.2.1 Convenções de apresentação

Na presente documentação, podem surgir os seguintes símbolos e formatações:

(5-12)

Referência cruzada em legenda de figura

O primeiro número corresponde ao número da figura e o segundo ao componente do aparelho na figura.

1

Etapa de instrução

Efetue estes passos em sequência.

Método

Texto de diálogo, Parâmetros no software

Arquivo ► No vo

Menu e/ou ponto do menu

[Próximo]

Botão ou **Tecla**



ALERTA

Este sinal indica um risco geral de vida ou de ferimento.

**ALERTA**

Este sinal adverte sobre o perigo elétrico.

**ALERTA**

Este sinal adverte sobre o aquecimento ou peças do equipamento que estejam aquecidas.

**ALERTA**

Este sinal adverte sobre o perigo biológico.

**CUIDADO**

Este sinal indica um possível dano em equipamentos ou em componentes dos equipamentos.

**NOTA**

Este sinal marca informações adicionais e conselhos.

1.3 Notas de segurança

1.3.1 Generalidades relativas à segurança

**ALERTA**

Este aparelho deve funcionar somente segundo as indicações descritas nesta documentação.

Este aparelho saiu da fábrica em perfeito estado do ponto de vista da técnica de segurança. Para manter este estado e um funcionamento sem riscos, é preciso observar cuidadosamente as seguintes notas.

1.3.2 Segurança elétrica

A segurança elétrica ao manusear este aparelho está garantida no âmbito da norma internacional IEC 61010.

**ALERTA**

Somente o pessoal qualificado pela Metrohm tem autorização para efetuar trabalhos nos componentes eletrônicos.

**ALERTA**

Nunca abra a carcaça do aparelho. É possível que ocorram danos no aparelho. Além disso, existe um alto risco do usuário se ferir se entrar em contato com um componente energizado.

No interior da carcaça não existem peças que devam ser trocadas ou cuja manutenção possa ser feita pelo usuário.

Tensão de rede**ALERTA**

O aparelho pode sofrer danos se uma tensão de rede incorreta for utilizada.

Este aparelho deve funcionar somente com uma tensão de rede especificada para o mesmo (ver na parte traseira do aparelho).

Proteção contra cargas eletrostáticas**ALERTA**

Os componentes eletrônicos são sensíveis a cargas eletrostáticas e podem ser destruídos por descargas.

É obrigatório retirar o cabo de energia da tomada, antes de estabelecer ou separar conexões elétricas na parte traseira do aparelho.

1.3.3 Conexões de mangueiras e conexões capilares**CUIDADO**

As conexões de mangueiras e capilares não estanques constituem um risco para a segurança. Apertar bem todas as conexões manualmente. Evitar exercer muita força sobre as conexões de mangueiras. Extremidades danificadas de mangueiras provocam a não estanqueidade. Podem ser utilizadas ferramentas adequadas para soltar as mangueiras.

Verificar regularmente a estanqueidade das conexões. Se o aparelho funcionar majoritariamente sem vigilância, são indispensáveis controles semanais.

1.3.4 Solventes inflamáveis e produtos químicos inflamáveis

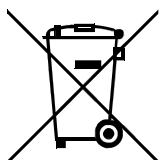


ALERTA

Ao trabalhar com solventes inflamáveis e produtos químicos, devem ser observadas as medidas de segurança apropriadas.

- Coloque o aparelho em um local bem ventilado (p. ex., capela de exaustão).
- Mantenha afastadas do local de trabalho todas as fontes de ignição.
- Remova imediatamente líquidos ou sólidos derramados.
- Siga as notas de segurança do fabricante de produtos químicos.

1.3.5 Reciclagem e Eliminação



Este produto segue a Diretriz Europeia 2012/19/UE, WEEE – Diretriz relativa aos resíduos de equipamentos elétricos e eletrônicos.

A eliminação correta do seu equipamento usado ajuda a evitar danos ao meio-ambiente e à saúde.

Detalhes sobre a eliminação do seu equipamento usado podem ser obtidos junto às autoridades locais, a um serviço de eliminação de resíduos ou ao seu fornecedor.



2 Visão geral do equipamento

2.1 Parte frontal

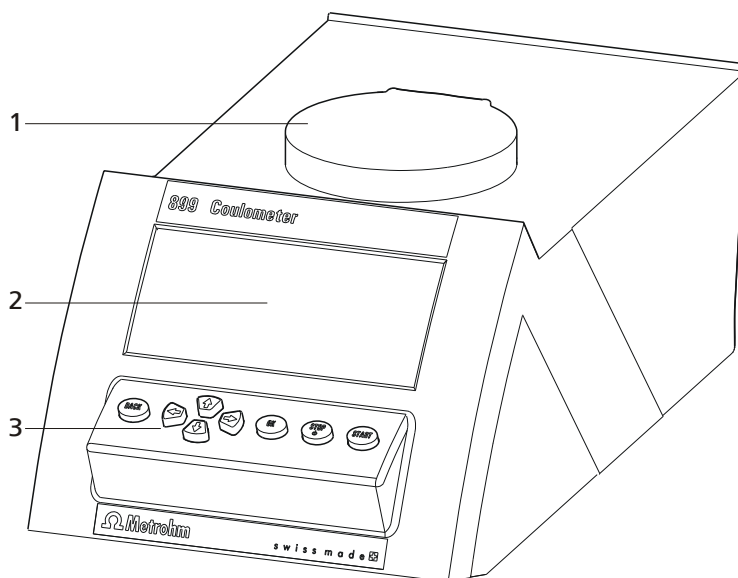


Figura 1 Parte frontal 899 Coulometer

1 Agitador magnético

Para encaixar o suporte do recipiente de titulação.

2 Tela

3 Campo de teclas

2.2 Parte traseira

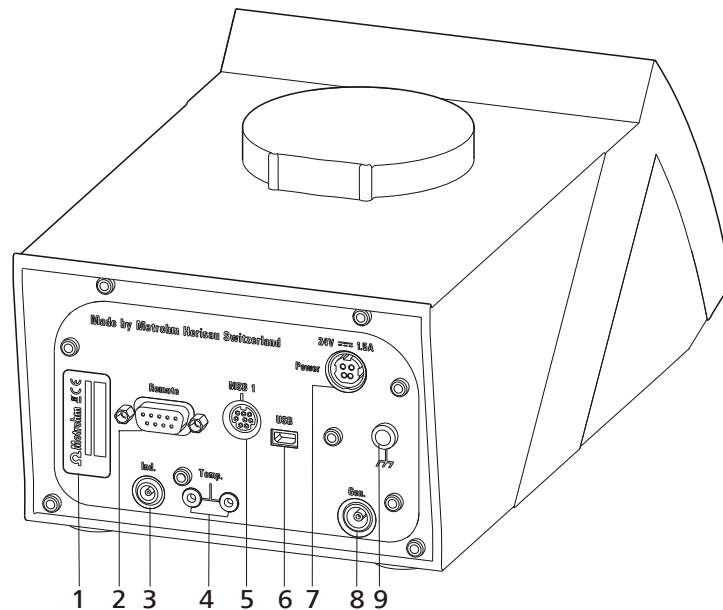


Figura 2 Parte traseira 899 Coulometer

1 Plaqueta de identificação

Contém o número de série.

2 Conexão Remote

Para conectar equipamentos com interface Remote. D-Sub, de 9 pinos.

3 Conexão de eletrodo (Ind.)

Para conectar um eletrodo metálico (eletrodo duplo fio Pt). Tomada F.

4 Conexão do sensor de temperatura (Temp.)

Para conectar um sensor de temperatura do tipo Pt1000. Duas vezes tomada B, 2 mm.

5 Conexão MSB (MSB 1)

Metrohm Serial Bus. Para conectar um agitador externo. Mini-DIN, de 8 pinos.

6 Conexão USB (OTG)

Para conectar uma impressora, um pen drive USB, um Hub USB, etc.

7 Tomada para alimentação de energia (Power)

Para conectar a fonte de alimentação externa ou uma Power Box (6.2164.500).

8 Conexão de eletrodo (Gen.)

Para conectar um eletrodo gerador.

9 Tomada de aterramento

Para aterrar o Coulometer. Tomada B, 4 mm.



3 Instalação

3.1 Instalar o aparelho

3.1.1 Embalagem

O equipamento é fornecido em conjunto com o acessório, embalado individualmente, em uma embalagem especial. Conserve estas embalagens, uma vez que apenas estas garantem um transporte seguro do equipamento.

3.1.2 Controle

Controle imediatamente após o recebimento todo o material quanto a integridade e eventuais danos.

3.1.3 Local de instalação

O aparelho foi desenvolvido para o funcionamento em interiores e não deve ser utilizado em áreas com risco de explosão.

Coloque o aparelho em um local do laboratório próprio para sua operação, sem risco de abalos, protegido de atmosferas corrosivas e de impurezas causadas por produtos químicos.

O aparelho deve estar protegido contra variações excessivas de temperatura e exposição direta aos raios do sol.

3.2 Configurar a célula de titulação para coulometria

3.2.1 Colocar a célula de titulação

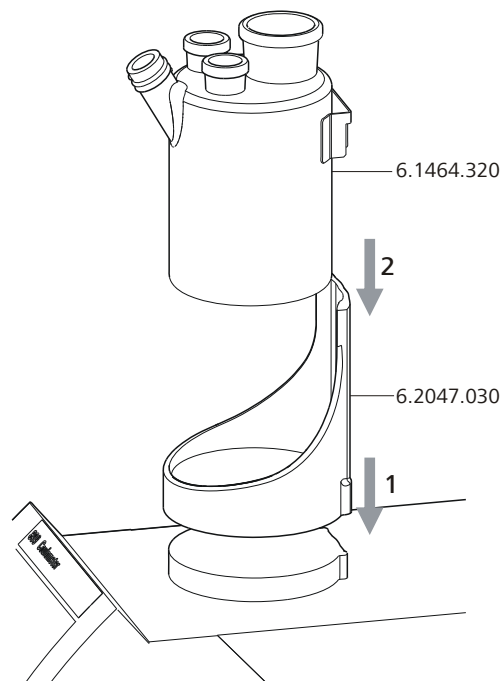


Figura 3 Colocar a célula de titulação (coulometria)

Instale a célula de titulação da seguinte maneira sobre o agitador magnético:

- 1** Encaixar o suporte do recipiente de titulação 6.2047.030 sobre o agitador magnético.
- 2** Instalar a célula de titulação 6.1464.320 no suporte do recipiente de titulação.

3.2.2 Preparar a célula de titulação

Encher o tubo de adsorção

Antes da instalação da célula de titulação, é preciso encher o tubo de adsorção 6.1403.030 com peneira molecular 6.2811.000. Proceda da seguinte maneira:

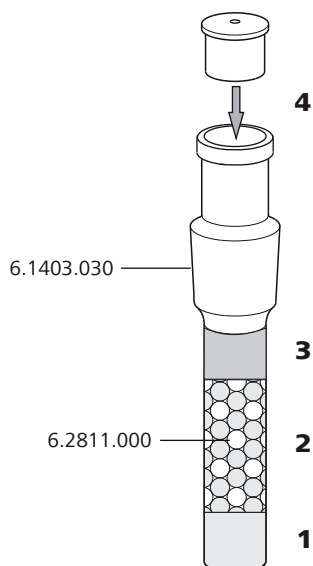


Figura 4 Encher o tubo de adsorção

- 1** Colocar um pequeno tampão de algodão na parte inferior do tubo de adsorção. Não amassar o algodão.
- 2** Encher até $\frac{3}{4}$ da altura da peneira molecular.
- 3** Colocar um pequeno tampão de algodão na peneira molecular. Não amassar o algodão.
- 4** Fechar o tubo de adsorção com a respectiva tampa.



NOTA

Observe que a peneira molecular deve ser substituída em intervalos regulares. Cada vez que encher o tubo de adsorção com peneira molecular, pode escrever, por exemplo, a data diretamente no tubo de adsorção.

Montar a célula de titulação

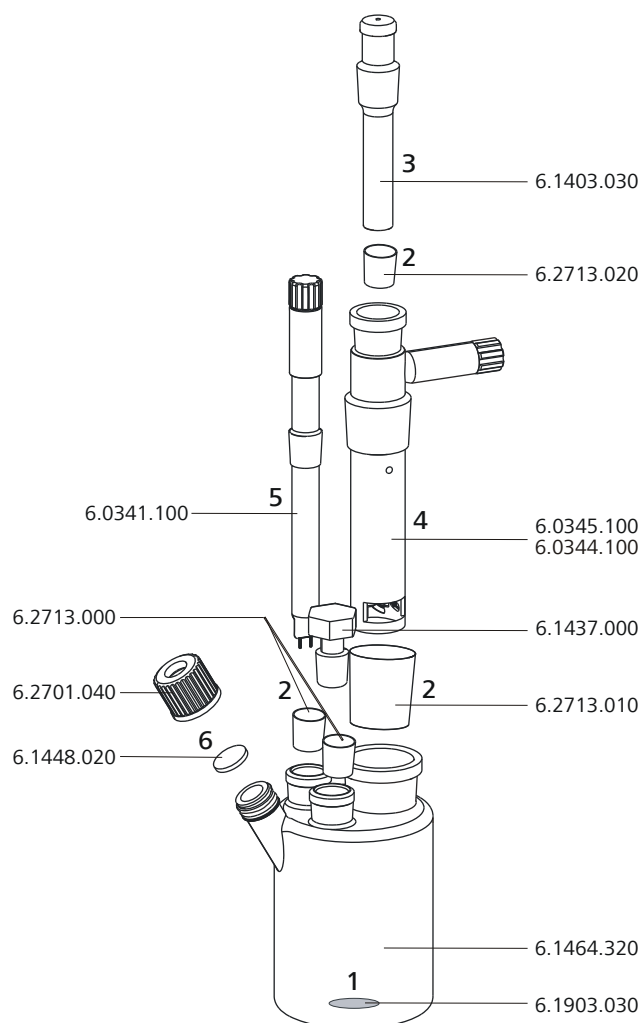


Figura 5 Montar a célula de titulação (coulometria)

Monte a célula de titulação da seguinte maneira:

- 1** Colocar o agitador 6.1903.030 na célula de titulação.
- 2** Cortar os vedantes 6.2713.0x0 no comprimento certo e instalar nas superfícies polidas dos componentes (eletrodos, tubo de adsorção, etc.).
Prestar atenção para que as arestas dos vedantes sejam bem cortadas sem que surjam fiapos. Os vedantes não devem sobressair na margem inferior do bocal.
- 3** Colocar o tubo de adsorção 6.1403.030 no eletrodo gerador.



- 4 Instalar o eletrodo gerador sem diafragma 6.0345.100 ou o eletrodo gerador com diafragma 6.0344.100 juntamente com o tubo de adsorção no grande bocal posterior.
- 5 Instalar o eletrodo indicador 6.0341.100 no bocal esquerdo.
- 6 Colocar o septo 6.1448.020 na abertura dianteira da célula de titulação e parafusar com a tampa roscada 6.2701.040.
Só parafusar a tampa roscada até que esteja estanque. O septo não deve dobrar.

Atestar a célula de titulação (eletrodo gerador com diafragma)

Se você utilizar um eletrodo gerador com diafragma, proceda da seguinte maneira:

- 1 Encher aprox. 5 mL de católito no eletrodo gerador.
- 2 Adicionar aprox. 100 mL de anólito com ajuda do funil 6.2738.000 na célula de titulação. O nível do anólito deve estar aproximadamente 1-2 mm acima do nível do católito.
- 3 Fechar o último bocal à direita com o bujão da abertura 6.1437.000 (com vedante instalado).

Atestar a célula de titulação (eletrodo gerador sem diafragma)

Se você utilizar um eletrodo gerador sem diafragma, proceda da seguinte maneira:

- 1 Adicionar aprox. 100 mL de reagente com ajuda do funil 6.2738.000 na célula de titulação.
- 2 Fechar o último bocal à direita com o bujão da abertura 6.1437.000 (com vedante instalado).

3.2.3 Montar tubo de adição e aspiração (uso com Ti Stand)

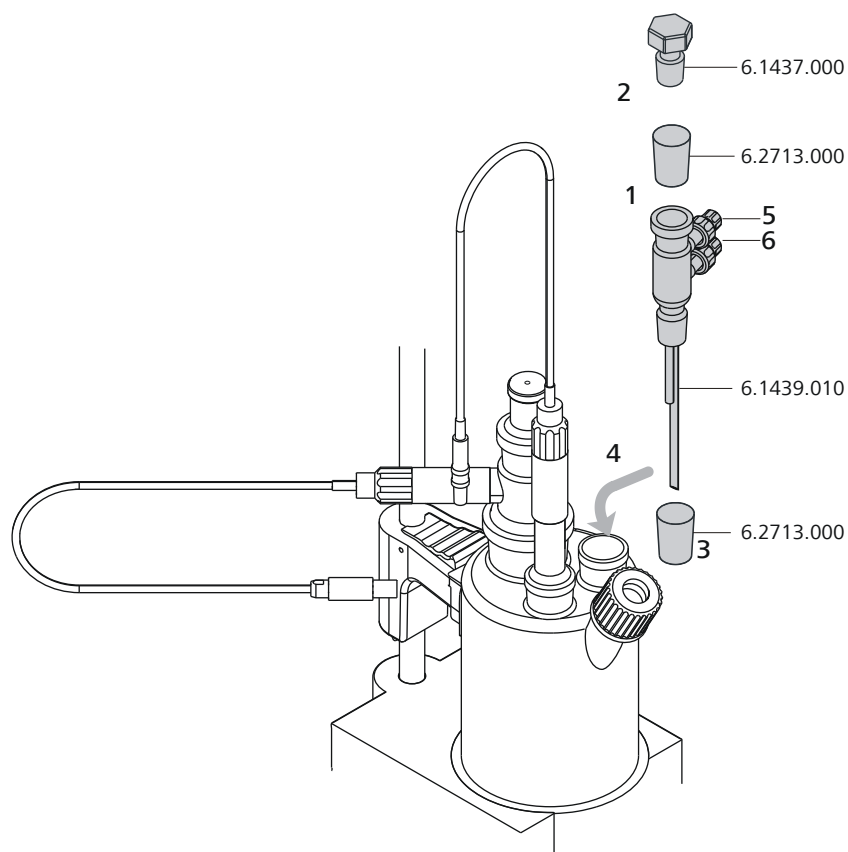


Figura 6 Montar tubo de adição e aspiração

Instale o tubo de adição e aspiração da seguinte maneira na célula de titulação:

- 1** Instalar o vedante 6.2713.000 cortado no comprimento correto na superfície da tampa 6.1437.000.
- 2** Instalar a tampa no tubo de adição e aspiração 6.1439.010.
- 3** Instalar o vedante 6.2713.000 cortado no comprimento correto na superfície do tubo de adição e aspiração.
- 4** Instalar tudo junto no bocal.
- 5** Na conexão superior do tubo de adição e aspiração (5), conectar a mangueira para a adição do reagente.



- 6** Na conexão inferior do tubo de adição e aspiração (6), conectar a mangueira para a aspiração da célula de titulação.

Detalhes sobre a conexão da mangueira de adição e da mangueira de aspiração, se encontram no manual do *803 Ti Stand*.

3.2.4 Utilizar a célula de titulação com o forno Karl Fischer

Se aplica o método do forno KF, se amostras só liberarem água lentamente ou apenas em temperaturas mais elevadas. A amostra é aquecida em um forno Karl Fischer (por exemplo, *860 KF Thermoprep*) e a água liberada é conduzida com um gás portador até à célula de titulação. No capítulo 9.5, página 98, se encontram ajustes de parâmetros recomendados para determinações com um forno Karl Fischer.

Uma descrição detalhada da montagem da célula de titulação com forno Karl Fischer, se encontra no respectivo manual.

3.2.5 Utilizar uma célula de titulação com um trocador de amostras

No caso de uma grande quantidade de amostras, a determinação da concentração da água pode ser automatizada com ajuda de um trocador de amostras com módulo de forno (por exemplo, *885 Compact Oven SC*). No capítulo 9.5, página 98, se encontram ajustes de parâmetros recomendados para determinações com um forno Karl Fischer.

Uma descrição detalhada da montagem da célula de titulação com o trocador de amostras, se encontra no respectivo manual.

3.3 Conectar o coulômetro à alimentação de energia

É possível conectar o 899 Coulometer à alimentação de energia de duas maneiras:

- Conectar o coulômetro diretamente à rede de energia com ajuda da fonte de alimentação fornecida.
- Conectar o coulômetro à Power Box 6.2164.500, se não houver rede de energia estável.

3.3.1 Conectar a fonte de alimentação

O 899 Coulometer possui uma fonte de alimentação externa para a alimentação de energia de 24 V (DC). Ela é conectada à tomada para alimentação de energia do coulômetro.



ALERTA

O aparelho pode sofrer danos se uma tensão de rede incorreta for utilizada.

Só opere o equipamento com a tensão de rede especificada para ele. Utilize, para isso, exclusivamente a fonte de alimentação fornecida.

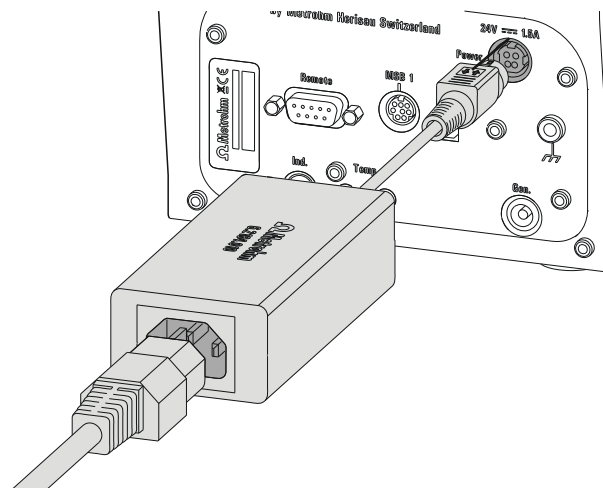


Figura 7 Conectar a fonte de alimentação

Proceder da seguinte forma:

- 1 Conectar o plugue da fonte de alimentação externa com a tomada para alimentação de energia (2-7) do coulômetro.



NOTA

O plugue da fonte de alimentação está protegido com um protetor contra tração para evitar que o cabo seja puxado acidentalmente. Para retirar o plugue da tomada é preciso, primeiramente, puxar o revestimento externo do plugue para trás.

- 2 Conectar o cabo de energia com a fonte de alimentação externa do coulômetro e com a rede de energia.

**NOTA**

O plugue da Power Box está protegido com um protetor contra tração para evitar que o cabo seja puxado acidentalmente. Para retirar o plugue da tomada é preciso, primeiramente, puxar o revestimento externo do plugue para trás.

**CUIDADO**

Desligue devidamente o 899 Coulometer, pressionando a tecla vermelha **[STOP]**, antes de interromper a conexão com a Power Box. Caso contrário, há perigo de perda de dados.

3.4 Conectar sensores

A interface de medição inclui as seguintes entradas de medição:

- **Gen.** para um eletrodo gerador
- **Ind.** para um eletrodo duplo de platina
- **Temp.** para um sensor de temperatura do tipo Pt1000

**CUIDADO**

É imprescindível evitar uma troca do cabo do eletrodo indicador com o cabo do eletrodo gerador. Aplique as respectivas marcas nas cabeças roscadas dos cabos.

3.4.1 Conectar eletrodo gerador

Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo gerador

- 1 Desparafusar a tampa do eletrodo gerador.

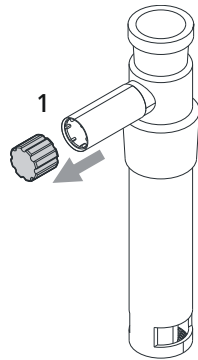


Figura 9 Desparafusar tampa do eletrodo gerador

- 2 Parafusar bem o cabo do eletrodo 6.2104.120 no eletrodo gerador.

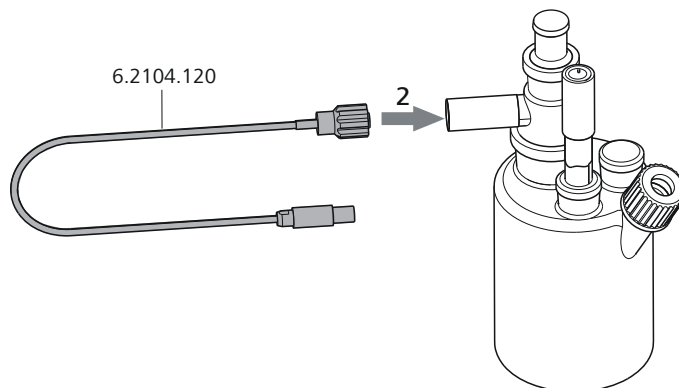


Figura 10 Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo gerador

Conectar o cabo do eletrodo ao coulômetro

- 1 Introduzir o plugue do eletrodo na tomada **Gen.** do coulômetro.

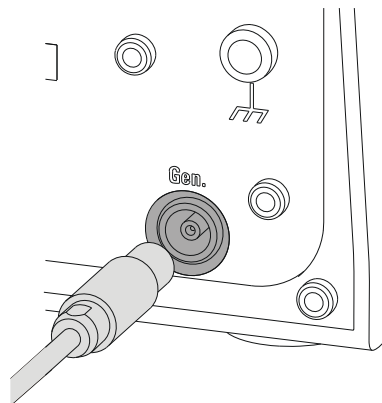


Figura 11 Conectar eletrodo gerador

**NOTA**

O cabo do eletrodo está protegido com um protetor contra tração para evitar que o cabo seja puxado acidentalmente. Para retirar novamente o plugue é preciso, primeiramente, puxar o revestimento externo do plugue para trás.

3.4.2 Conectar o eletrodo indicador**Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo indicador**

- 1 Desparafusar a tampa do eletrodo indicador.

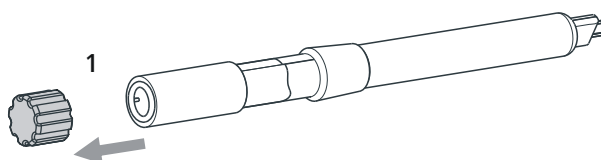


Figura 12 Desparafusar tampa do eletrodo indicador

- 2 Parafusar bem o cabo do eletrodo 6.2104.020 no eletrodo indicador.

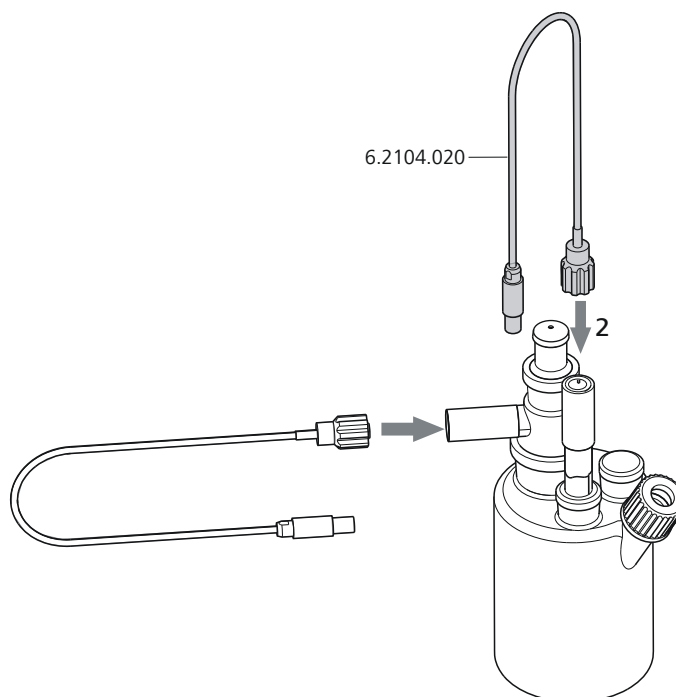


Figura 13 Parafusar cabo do eletrodo ao eletrodo indicador

Conectar o cabo do eletrodo ao coulômetro

- 1 Introduzir o plugue do eletrodo na tomada **Ind.** do coulômetro.

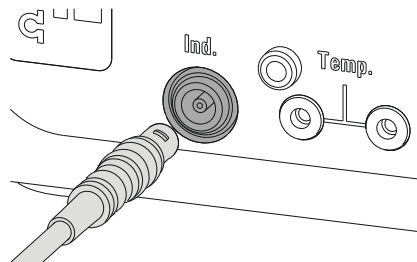


Figura 14 Conectar o eletrodo indicador



NOTA

O cabo do eletrodo está protegido com um protetor contra tração para evitar que o cabo seja puxado acidentalmente. Para retirar novamente o plugue é preciso, primeiramente, puxar o revestimento externo do plugue para trás.

3.4.3 Conectar sensor de temperatura

Na conexão **Temp.**, é possível conectar um sensor de temperatura do tipo Pt1000.

Conecte o sensor de temperatura da seguinte maneira:

- 1 Introduzir os plugues do sensor de temperatura nas tomadas **Temp.** do coulômetro.

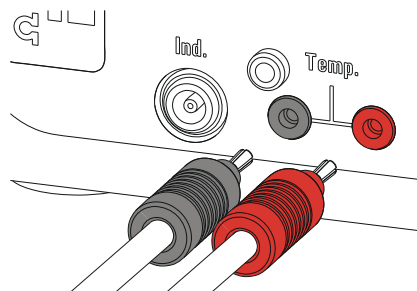


Figura 15 Conectar sensor de temperatura



NOTA

Introduza sempre o plugue vermelho na tomada vermelha. Apenas desta forma se garante a proteção contra distúrbios elétricos.

3.5 Conectar agitador adicional

No lugar do agitador magnético instalado, é possível utilizar os agitadores magnéticos *801 Stirrer* ou *803 Ti Stand*.

Proceder da seguinte forma:

- 1 Desligar o coulômetro.
- 2 Conectar o cabo de conexão do agitador magnético à MSB 1 na parte traseira do coulômetro.

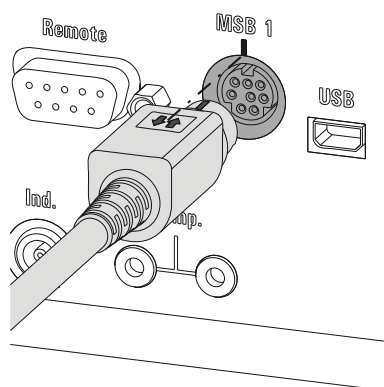


Figura 16 Conectar o agitador



NOTA

Certifique-se que a parte plana do plugue esteja junto da marca na tomada.

- 3 Ligar o coulômetro.

3.6 Conectar balança

Balanças possuem normalmente uma interface serial RS-232. Para conectar uma balança, é necessária uma RS-232/USB Box 6.2148.030.

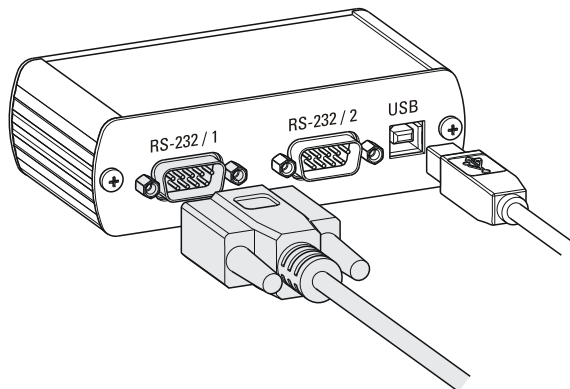


Figura 17 Conectar balança através da RS-232/USB Box

Proceder da seguinte forma:

- 1** Conectar a RS-232/USB Box com o cabo de conexão (USB A - USB B) 6.2151.020 à conexão USB (OTG) do coulômetro.

Pode conectar a RS-232/USB Box através de um hub USB ou de um adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 (ver capítulo 3.7, página 24) ao coulômetro.
- 2** Na conexão **RS-232/1**, conectar o plugue de 9 pinos do respectivo cabo de conexão da balança. Consulte a lista a seguir ou entre em contato com o fabricante da balança para encontrar o cabo correto de conexão da balança.



NOTA

Os parâmetros das interfaces RS-232 devem ser equivalentes no 899 Coulometer e na balança (ver "Editar as configurações COM1", página 70). Consulte também o manual da balança.

A tabela a seguir apresenta uma visão geral das balanças que podem ser usadas em conjunto com o 899 Coulometer e dos cabos necessários para a conexão na interface RS-232:

Balança	Cabo
AND ER, FR, FX com interface RS-232 (OP-03)	6.2125.020 + 6.2125.010
Mettler AB, AG, PR (LC-RS9)	Com o material entregue com a balança
Mettler AM, PM, PE com interface opção 016 ou Mettler AJ, PJ com interface opção 018	6.2146.020 + 6.2125.010 adicional ao Mettler: adaptador ME 47473 e interruptor de mão ME 42500 ou interruptor de pé ME 46278
Mettler AT	6.2146.020 + 6.2125.010 adicional ao Mettler: interruptor de mão ME 42500 ou interruptor de pé ME 46278
Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S, XP, XS	6.2134.120
Mettler AE com interface opção 011 ou 012	6.2125.020 + 6.2125.010 adicional ao Mettler: interruptor de mão ME 42500 ou interruptor de pé ME 46278
Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus	Cabo AS017-09 da empresa Ohaus
Balança Precisa com interface RS-232-C	6.2125.080 + 6.2125.010
Sartorius MP8, MC, LA, Genius, Cubis	6.2134.060
Shimadzu BX, BW	6.2125.080 + 6.2125.010

**NOTA**

Muitos equipamentos USB necessitam de um denominado Hub USB para que possam funcionar perfeitamente.

Um Hub USB é um distribuidor que pode ser conectado a vários equipamentos USB. Hubs USB se encontram à venda em diferentes versões em lojas especializadas.

O teclado numérico USB 6.2147.000 pode, além de funcionar como teclado, ser utilizado também como Hub USB. Ele possui duas conexões USB. Nestas duas conexões USB, não é possível, porém, conectar nenhum teclado de computador, nenhum leitor de código de barras e nenhum outro teclado com bloco numérico. Estes equipamentos são identificados como dispositivos de entrada (como o teclado numérico USB) e não podem ser conectados em série.

A lista a seguir apresenta uma visão geral dos diversos equipamentos USB e como conectá-los ao Coulometer.

Equipamento USB	Possibilidades de conexão
Pen drives USB (para a cópia de segurança ou para salvar métodos)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Com Hub USB ▪ Com teclado numérico USB 6.2147.000
Teclado numérico USB 6.2147.000 (para entrada confortável de números e para navegar no diálogo)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Com Hub USB
RS-232/USB Box 6.2148.030 (para conectar uma balança, um PC ou para controle remoto RS-232)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Com Hub USB ▪ Com teclado numérico USB 6.2147.000
Hub USB (com ou sem alimentação de energia própria)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100
Impressora "Custom Neo's" com cabo 6.2151.120	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Diretamente na conexão USB (OTG) do 899 Coulometer

Equipamento USB	Possibilidades de conexão
Impressora "Custom Neo's" com cabo 6.2151.020	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Com Hub USB ▪ Com teclado numérico USB 6.2147.000
Impressora USB com cabo de conexão 6.2151.020	<p>de acordo com o modelo da impressora:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Com adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 <p>ou</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Com Hub USB ▪ Com teclado numérico USB 6.2147.000
Mouse do PC com cabo USB (para navegar no diálogo)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com Hub USB ▪ Com teclado numérico USB 6.2147.000
Teclado do PC com cabo USB (para entrada confortável de letras e algarismos)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com Hub USB
Leitor de código de barras com cabo USB	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com Hub USB
Teclado com bloco numérico com cabo USB	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Com Hub USB

Se você quiser conectar **vários equipamentos diferentes sem alimentação de energia própria**, é preciso eventualmente utilizar um Hub USB com alimentação de energia própria (*self powered*). A conexão USB (OTG) do 899 Coulometer não é adequada para a alimentação de energia de vários equipamentos com alto consumo de energia.

Consulte também as notas no *capítulo 9.3, página 94*.

Exemplos:

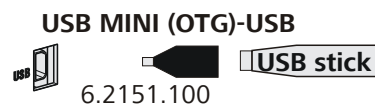


Figura 19 Conectar pen drive USB

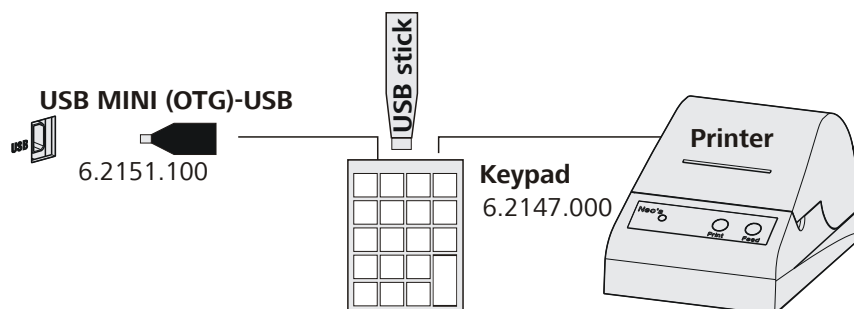


Figura 20 Conectar teclado USB 6.2147.000 com pen drive USB e impressora

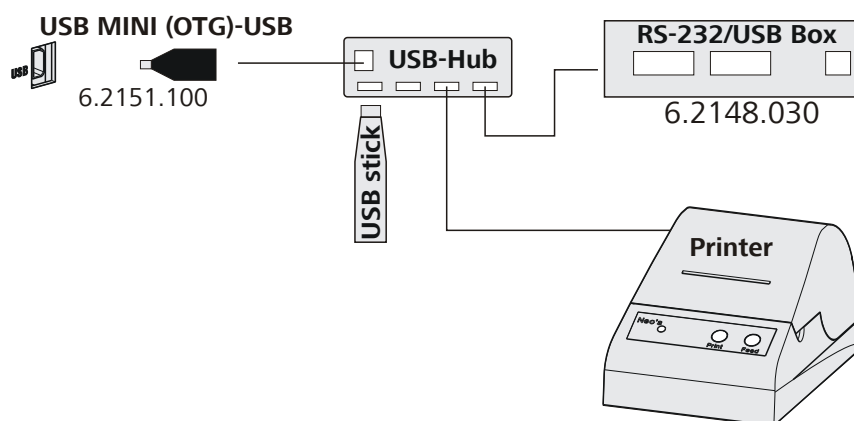


Figura 21 Conectar Hub USB com pen drive USB, impressora e RS-232/USB Box 6.2148.030

3.8 Conectar trocador de amostras à conexão Remote

O 899 Coulometer pode ser conectado, com a ajuda do cabo Remote 6.2141.390, a um trocador de amostras com módulo de forno. Desta forma, é possível integrar o Coulometer em um sistema automatizado.

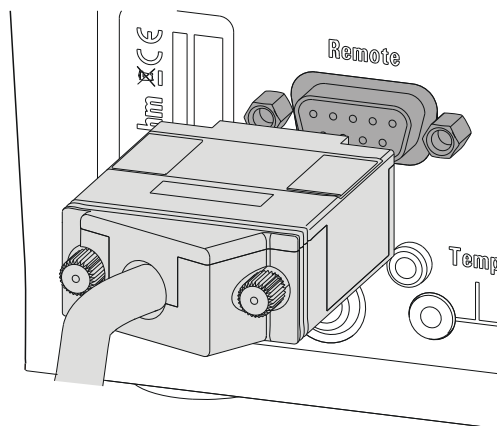


Figura 22 Conectar o cabo Remote

Detalhes sobre a utilização do trocador de amostras (por exemplo 885 Compact Oven SC), se encontram no respectivo manual.

4 Titulação coulométrica

4.1 Princípio da coulometria segundo Karl Fischer

A **titulação coulométrica Karl Fischer** é uma variante do método clássico de determinação de água segundo Karl Fischer. O método convencional funciona com uma solução à base de metanol de iodo, dióxido de enxofre e uma base de solução tampão. Quando uma amostra com teor de água é titulada, decorrem várias reações que podem ser resumidas na seguinte equação por soma:



De acordo com a equação supracitada, I_2 reage de modo quantitativo com H_2O . Esta equação química forma a base para a determinação de água.

Na **titulação coulométrica Karl Fischer**, o iodo necessário é diretamente produzido nos eletrólitos com teor de iodo de modo eletroquímico ("bureta eletrônica"). Entre a quantidade de carga elétrica e quantidade de iodo produzido existe uma relação estritamente quantitativa que é utilizada para a dosagem altamente precisa do iodo. Uma vez que o método coulométrico Karl Fischer é uma **determinação absoluta** não é preciso determinar um fator. É somente necessário assegurar que a reação, que produz o iodo, seja realizada com uma eficiência de corrente de 100%. Todos os reagentes atualmente disponíveis asseguram isso.

A indicação do ponto final é realizada de modo voltamétrico, na qual um eletrodo Pt duplo é submetido a uma corrente alternada de intensidade constante. Deste modo, entre os fios Pt é originada uma diferença de tensão. Esta diminui drasticamente assim que existirem as mais pequenas quantidades de iodo livre. Este fato é utilizado para determinar o ponto final da titulação.

4.2 Trabalhar com padrões de água

4.2.1 Padrões de água certificados

Para a validação do aparelho, como sistema totalmente integrado, devem ser utilizados padrões de água certificados com os teores de água $1,00 \pm 0,003$ mg/g e/ou $0,10 \pm 0,005$ mg/g.



NOTA

O padrão de água de 1,0 mg/g é mais fácil de manusear e, portanto, preferível.

Tabela 1 Âmbitos de pesagem recomendados

Padrão de água de 1,0 mg/g	de 0,2 até 2,0 g
Padrão de água de 0,1 mg/g	de 0,5 até 5,0 g

4.2.2 Recomendações práticas

Para a validação é preciso trabalhar com muita exatidão. Para minimizar as imprecisões de medição, o preparo de amostras e o tratamento de amostra devem ser realizados de acordo com um esquema definido:

- 1 Calce luvas (sempre na titulação Karl Fischer).
- 2 Utilizar uma seringa limpa.



NOTA

Se você estiver trabalhando com o padrão de água de 0,1 mg/g, terá de utilizar uma seringa de vidro. Se você estiver trabalhando com o padrão de água de 1,0 mg/g, poderá utilizar uma seringa de plástico ou uma seringa de vidro.

- 3 Segure uma nova ampola e agite por breves instantes.
- 4 Com um lenço de papel dobrado entre o polegar e o indicador, abra a ampola pela marcação.
- 5 Puxe aprox. 1 mL do padrão de água pela seringa.

- 6** Puxe o pistão da seringa para cima até à extremidade e bascule um pouco a seringa.
O interior da seringa é lavado com o padrão de água e é liberto da contaminação de água.
- 7** Elimine o padrão de água utilizado para um recipiente para dejetos.
- 8** Puxe o resto do padrão de água pela seringa, se possível, não aspirando ar.
- 9** Expulsar as bolhas de ar eventualmente existentes na seringa.
- 10** Limpe a agulha com um pano de papel sem fiapos e cubra a mesma com a tampa correspondente.
- 11** Coloque a seringa sobre a balança e pressione **[TARA]**.
- 12** Assim que o desvio no 899 Coulometer estiver estável, segure a seringa com a mão, pressione **[START]** e injete aprox. 1 mL do padrão de água pelo septo.
Aqui existem duas possibilidades:
 - Variante 1:
Injete o padrão de água sem mergulhar a agulha no líquido reagente. Se ainda estiver suspensa uma pequena gota na extremidade da agulha, a mesma tem que ser re-aspirada, antes de se puxar a agulha para fora do septo.
O padrão de água não deve ser injetado sobre o eletrodo ou na parede da célula de titulação.
 - Variante 2:
Injete o padrão de água diretamente sob a superfície do líquido reagente.
Preste atenção para não aspirar líquido quando estiver puxando a seringa para fora do líquido reagente.
- 13** Feche a seringa com a mesma tampa e volte a colocar a mesma sobre a balança.
- 14** Leia o valor exibido na balança e digite-o no Coulometer como quantidade de amostra.
Se você tiver conectado uma balança no Coulometer, poderá enviar a quantidade de amostra diretamente a partir da balança.

- Segurando uma seringa com agulha curta e voltando a aspirar a última gota de volta para a agulha.

Você poderá determinar melhor a quantidade de amostra injetada, voltando a pesar a amostra.

Para as **determinações de vestígios e as validações** você deve utilizar seringas de vidro. Recomendados que encomende as mesmas a um fabricante de seringas especial.

As **amostras ligeiramente voláteis ou de baixa viscosidade** devem ser resfriadas antes da coleta de amostras. Deste modo, são evitadas perdas durante o trabalho. Porém, a seringa não deve ser resfriada diretamente, caso contrário, poderá haver formação de água condensada. Por este mesmo motivo, não pode ser aspirado ar em uma seringa na qual tenha sido anteriormente puxada uma amostra resfriada.

As **amostras altamente viscosas** podem ser fluidificadas por intermédio do aquecimento. Neste caso, a seringa também tem que ser aquecida. O mesmo objetivo pode ser alcançado com a diluição de um solvente adequado. Neste caso, o teor de água do solvente tem que ser determinado e subtraído como valor branco.

As **pastas e as graxas** podem ser aplicadas na célula de titulação com uma seringa sem agulha. Para tal, você pode utilizar o bocal. Se você desejar efetuar uma aspiração adicional, poderá utilizar a abertura com o bujão do septo. Você poderá determinar melhor a quantidade de amostra, voltando a pesar a amostra.

Se as amostras contiverem somente **vestígios de água**, a seringa tem que ser completa e previamente seca. Se possível, a seringa deve ser lavada com a solução da amostra, puxando diversas vezes a solução e eliminando a mesma.

4.3.3 Trabalhar com amostras sólidas

Se possível, as amostras sólidas são extraídas ou liberadas em um solvente adequado. A solução daí resultante é injetada, na medida que é preciso realizar uma correção do valor branco para o solvente.

Quando não é possível encontrar um solvente adequado para uma amostra sólida ou quando a amostra reage com o reagente Karl Fischer, deve ser utilizado um forno Karl Fischer.

Quando as amostras sólidas são inseridas diretamente na célula de titulação, deve ser utilizado o eletrodo gerador sem diafragma. As amostras podem ser adicionadas pelo bocal ou pela abertura lateral. Neste caso, é preciso prestar atenção para que

- a amostra expulse completamente sua umidade.
- não ocorram reações secundárias com o reagente Karl Fischer.

Se você estiver trabalhando com um forno Karl Fischer, está em ordem um desvio $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$. O desvio depende do fluxo de gás (quanto menor é o fluxo de gás, mais profundo é o desvio) e da umidade do ar do ambiente.

4.4.3 Troca do reagente

As soluções de eletrólito têm que ser trocadas nos seguintes casos:

- A célula de titulação está demasiado cheia.
- A capacidade do reagente KF está esgotada.
- O desvio é alto demais e por meio da agitação da célula de titulação não pode ser obtido um melhoramento.
- Na célula de titulação se forma uma mistura de duas fases; neste caso somente pode ser aspirada a fase de amostras.

Você consegue remover melhor a solução de eletrólito consumida por intermédio da aspiração. Para tal, você pode utilizar, p.ex. um *803 Ti Stand* com bomba de membranas montada. A vantagem é que a célula de titulação não requer uma desmontagem.

Em caso de uma forte contaminação, a célula de titulação pode ser lavada com um solvente adequado que também é aspirado.

No eletrodo gerador com diafragma, o católito deve ser trocado uma vez por semana. Uma utilização mais longa pode provocar escurecimentos e precipitações amarelas no compartimento do cátodo. Um odor desagradável também é um indício de uma utilização longa do católito.

4.4.4 Eletrodo indicador

Um novo eletrodo indicador pode requerer um determinado tempo de execução para a formação da superfície. Neste caso, podem ocorrer tempos da titulação invulgarmente demorados e resultados de medição altos demais. Estes fenômenos desaparecem após um breve tempo de utilização. Para fomentar a configuração de um novo eletrodo indicador, o 899 Coulometer pode ser condicionado, p.ex., durante a noite.

Um eletrodo indicador sujo pode ser cuidadosamente limpo com um agente abrasivo (conjunto de polimento 6.2802.000 ou pasta dentífrica). Após a limpeza, lavar com etanol.

Ambos os fios Pt do eletrodo indicador devem decorrer, de preferência, paralelamente um ao outro. Verifique os fios Pt antes de utilizar o eletrodo.

5 Operação

5.1 Ligar e desligar o equipamento

Ligar o equipamento

Proceda da seguinte forma:



- 1 ▪ Pressionar a tecla vermelha **[STOP]**.
O equipamento é inicializado e é efetuado um teste de sistema.
Este processo dura algum tempo.

O diálogo principal é exibido.

```

>Menu                      ready
Método                      KFC
ID1
ID2
Qtde. amostra              1.0
Unidade                     9
  
```

Desligar o equipamento

Desliga-se o equipamento com a tecla **[STOP]**. É preciso pressionar a tecla prolongadamente, evitando-se assim que o equipamento seja desligado acidentalmente.

Proceda da seguinte forma:

- 1 ▪ É preciso pressionar a tecla vermelha **[STOP]** durante no mínimo 3 s.

Uma barra de progresso é exibida. Se a tecla for solta durante este tempo, o equipamento não é desligado.

5.2 Princípios da operação

5.2.1 O campo de teclas

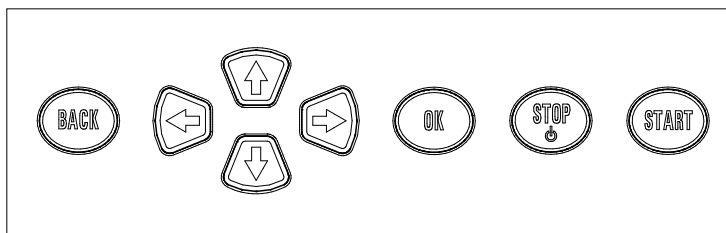
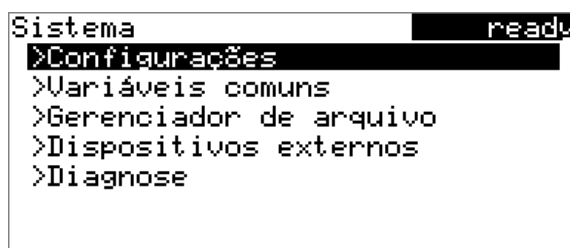


Figura 23 Campo de teclas 899 Coulometer

BACK	Aplicar as entradas e sair do diálogo.
↑ ↓	Deslocar a barra de seleção uma linha para cima ou para baixo. Selecionar, no editor de texto, o caractere a ser digitado.
← →	Selecionar, no editor de texto e de números, o caractere a ser digitado. Na barra de função, selecionar as funções individuais.
OK	Confirmar a seleção.
STOP	Parar processamentos de métodos em operação e funções manuais. Ligar ou desligar o equipamento.
START	Iniciar processamentos de métodos ou funções manuais.

5.2.2 Estrutura da janela de diálogo



Na barra de título, é exibido o título do diálogo atual no lado esquerdo. No canto superior direito, é exibido o status atual do sistema:

ready	O equipamento está em estado básico.
cond.busy	O agente é condicionado.
cond.ok	O agente está condicionado.
busy	Foi iniciado um método.
hold	Foi parado um método.

Determinados diálogos possuem, na linha inferior, uma denominada barra de função. As funções contidas ali podem ser selecionadas com as teclas de seta [←] ou [→] e executadas com [OK].

```
Tabela de métodos ready
Me2115
Me3901
Me4155
Me4612
+ Nova Salvar Excluir Exportar
```

5.2.3 Navegar no diálogo

A barra de seleção é exibida inversamente. Com as teclas de seta [↑] e [↓], é possível deslocar a barra de seleção uma linha para cima ou para baixo. Se um texto de diálogo estiver marcado com ">", há outras configurações em um diálogo subordinado. Com [OK], é possível acessar este diálogo.

Exemplo: configurações do sistema

```
Sistema ready
>Configurações
>Variáveis comuns
>Gerenciador de arquivo
>Dispositivos externos
>Diagnose
```

Com a tecla [BACK], é possível acessar novamente o nível imediatamente mais alto.

5.2.4 Entrada de texto e números

```
Nome
[ ]
[ ]BCDEFGHIJKLMNOPQRSTUVWXYZ
[ ]abcdefghijklmnopqrstuvwxyz
[ ]0123456789,-_!*#$%&'()*+./
[ ]AAAÉfÑööÜÜääááçéééíîñöööÜÜ
[ ]Aceitar Cancelar Excluir [←→]
```

No diálogo de edição para entrada de texto ou entrada de números, seleccione os caracteres individuais com as teclas de seta. Com [OK] é possível digitar o caractere no campo de entrada. As seguintes funções estão disponíveis:

Função de edição	Descrição
Aceitar	A alteração é aplicada e o diálogo de edição é fechado.
Cancelar	O diálogo de edição é fechado sem que a alteração seja aplicada.
Excluir	O conteúdo do campo de entrada é apagado completamente.
[+-]	O caractere antes do cursor é apagado (tecla de retrocesso).
+- 	apenas editor de texto O cursor dentro do campo de entrada é deslocado um caractere para a esquerda ao se pressionar [OK] .
 →	apenas editor de texto O cursor dentro do campo de entrada é deslocado um caractere para a direita ao se pressionar [OK] .
[BACK]	A alteração é aplicada e o diálogo de edição é fechado.

A tecla **[BACK]** possui a mesma função que **Aceitar**.

Para facilitar a entrada de texto e a entrada de números, é possível conectar um teclado USB normal. A disposição das teclas no teclado do computador está descrita em *capítulo 9.3.2, página 95*.

5.2.5 Seleção a partir de uma lista de seleção

```

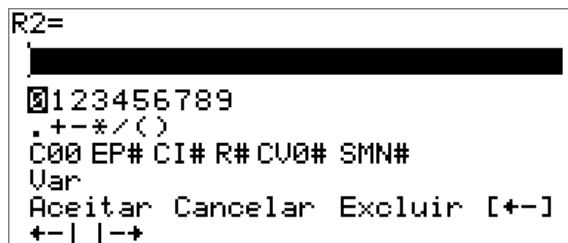
Unidade
█
mg
µg
mL
µL
amostra
>Definido(a) pelo usuário

```

Em listas de seleção, selecione as entradas individuais com as teclas de seta **[↑]** e **[↓]**. Com **[OK]** ou **[BACK]**, é possível aplicar a entrada.

5.3 Editor de fórmulas

Com o editor de fórmulas, é feita a entrada de fórmulas para os cálculos. O editor de fórmulas possui um teste automático de sintaxe. Ele é ativado, quando uma fórmula é aplicada. Para as operações de cálculo são válidas as regras gerais de prioridade em vigor.



Variável	Descrição
C00	Quantidade de amostra
EP#	Quantidade de água no ponto final EP# (# = 1...9)
CI#	Identificação da amostra (# = 1...2)
R#	Resultado (# = 1...5)
CV0#	Variável comum (# = 1...5)
SMN#	Valor médio do resultado R# (# = 1...5)
Var	Lista com outras variáveis (ver "Variáveis", página 40)

"#" significa um número de sequência que deve ser digitado manualmente. Exemplo: se a variável **EP#** for aplicada na fórmula, será registrado apenas **EP**. É preciso digitar ainda o número.

Os significados das funções de edição são explicados em *capítulo 5.2.4, página 38*.

Variáveis

Ao se pressionar **Var**, é exibida uma lista com outras variáveis. Estas variáveis podem ser digitadas diretamente na fórmula ou selecionadas a partir desta lista e aplicadas com **[OK]**.

Variável	Descrição
MCQ	Quantidade final, ou seja, quantidade total na água removida no fim da titulação (em µg)
MCD	Duração da titulação completa
MDC	Desvio para correção do desvio

Variável	Descrição
DDC	Tempo para correção do desvio
MIM	Valor inicial medido, ou seja, valor medido antes do processamento das condições iniciais
MIT	Temperatura inicial, ou seja, temperatura antes do processamento das condições iniciais
MCM	Valor final medido
MCT	Temperatura final
DD	Duração da determinação completa

5.4 Métodos

5.4.1 Modelos de métodos

O 899 Coulometer contém modelos de métodos que já estão configurados, faltando apenas alguns parâmetros.

Os seguintes modelos de métodos estão disponíveis:

KFC	Titulação Karl Fischer coulométrica. No cálculo não se considera o branco.
KFC-Blank	Titulação Karl Fischer coulométrica com dedução do branco.
Blank	Determinação coulométrica do branco.

Os modelos de métodos se diferenciam apenas nas fórmulas de cálculo.

5.4.2 Abrir modelo de métodos

Proceda da seguinte forma para abrir um modelo de métodos:

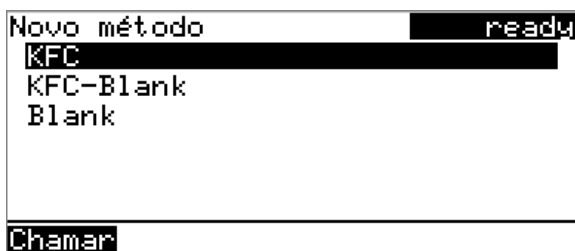
1 Abrir modelos de métodos

- No diálogo principal, selecionar **Método** e pressionar **[OK]**.

A tabela de métodos é aberta com os métodos salvos:

2 Na barra de função, selecionar **Nova** e pressionar **[OK]**.

A lista com os modelos de métodos é aberta:



3 Abrir modelo de métodos

- Selecionar o modelo de método desejado e pressionar **[OK]**.

O método foi aberto e será exibido no diálogo principal em **Método**.

5.4.3 Salvar método

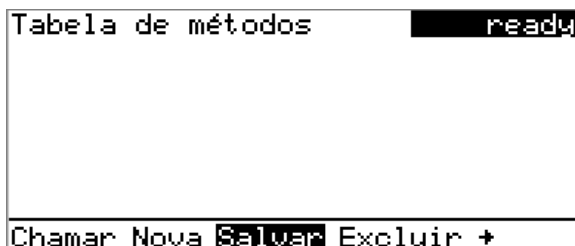
Se você alterar parâmetros de métodos, é possível salvá-los como método próprio. É possível salvar, no máximo, 100 métodos.

Proceda da seguinte forma para salvar um método:

1 Abrir tabela de métodos

- No diálogo principal, selecionar **Método** e pressionar **[OK]**.

A tabela de métodos é aberta:



2 Alterar/aplicar nome do método

- Na barra de função, selecionar **Salvar** e pressionar **[OK]**.
Como nome de método é sugerido o nome do modelo de métodos (por exemplo **KFC-Blank**). Se o modelo já tiver sido salvo uma vez, o nome já utilizado será exibido:



Aplicar nome:

- Pressionar **[BACK]**.

O método é salvo e a tabela de métodos exibida.

Digitar novo nome:

- Pressionar **[OK]**.
O editor de texto é aberto.
- Digitar um novo nome de método (no máx. 12 caracteres) e aplicar com **Aceitar** ou **[BACK]**.
- Pressionar **[BACK]**.

O método é salvo e a tabela de métodos exibida.

5.4.4 Exportar método

É possível exportar métodos para um pen drive USB conectado.



NOTA

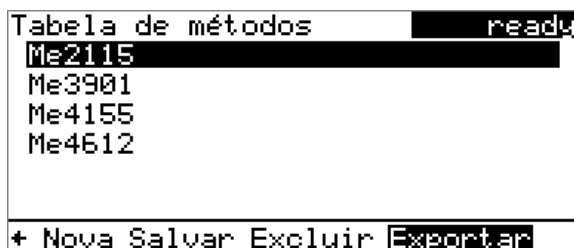
Esta função só é possível se um pen drive USB estiver conectado como memória externa.

Proceda da seguinte forma para exportar um método:

1 Abrir tabela de métodos

- No diálogo principal, seleccionar **Método** e pressionar **[OK]**.

A tabela de métodos é aberta com os métodos salvos:



2 Selecionar métodos

- Selecionar o método desejado.

3 Exportar método

- Na barra de função, seleccionar **Exportar** e pressionar **[OK]**.

O método é exportado. A estrutura do directório no pen drive USB é apresentada em *capítulo 6.3, página 67*.

5.5 Controle

Menu ► Automação

No diálogo **Automação**, são definidas as configurações para a execução de uma determinação individual e/ou de uma série de amostras.

Tabela de amostras

Se este parâmetro estiver ativado, é possível entrar os dados da amostra para uma série de amostras em uma tabela (*ver capítulo 5.7, página 47*).

Seleção	on off
Valor padrão	off

Início automatico

Se este parâmetro estiver ativado, uma nova determinação é iniciada automaticamente no fim de uma determinação. Isto ocorre até que a quantidade especificada seja alcançada (*ver Núm. inícios automáticos*).

Seleção	on off
Valor padrão	off



NOTA

Se a operação for realizada com um trocador de amostras com módulo de forno (por exemplo *885 Compact Oven SC*), o parâmetro **Início automatico** deve estar em **off**, pois o trocador de amostras inicia a titulação.

Núm. inícios automáticos

Este parâmetro só é visível em **Início automatico = on**.

Quantidade de arranques automáticos.

Faixa de entrada	1...50
Seleção	tabela
Valor padrão	tabela

tabela

A quantidade de arranques automáticos corresponde à quantidade de amostras na tabela de amostras.

5.6 Dados da amostra

É possível digitar os dados da amostra (identificação, quantidade de amostra, etc.) de diferentes formas:

- Diretamente no diálogo principal.
- Utilização da tabela de amostras. Isto é um grande auxílio, principalmente, para séries de amostra. A tabela de amostras é uma tabela onde se podem entrar os dados da amostra para até 99 amostras (ver capítulo 5.7, página 47).
- Consulta automática imediatamente após o início da determinação (ver capítulo 5.6.2, página 46).

A quantidade de amostra e a unidade podem ser sempre enviadas também a partir de uma balança conectada. Em determinadas balanças, também é possível enviar adicionalmente a identificação da amostra e o método (ver capítulo 9.2, página 93).

5.6.1 Digitar dados da amostra no diálogo principal

Para uma amostra, é possível digitar os dados da amostra diretamente no diálogo principal mesmo durante a determinação (ver capítulo 5.9, página 54).

>Menu	ready
Método	KFC
ID1	
ID2	
Qtde. amostra	1.0
Unidade	g

ID1

Identificação da amostra. A identificação da amostra pode ser utilizada como variável **CI1** em cálculos.

Entrada	no máx. 10 caracteres
Valor padrão	vazio

ID2

Identificação da amostra. A identificação da amostra pode ser utilizada como variável **CI2** em cálculos.

Entrada	no máx. 10 caracteres
Valor padrão	vazio

5.7 Tabela de amostras

5.7.1 Geral

A tabela de amostras é uma tabela onde se pode entrar os dados da amostra para até 99 amostras. É possível digitar os dados da amostra mesmo durante a determinação (ver capítulo 5.9.2, página 55).

Ativar tabela de amostras

Proceda da seguinte maneira para ativar a tabela de amostras (parâmetro **Tabela de amostras = on**).

1 Abrir menu principal

- No diálogo principal, selecionar **Menu** e pressionar **[OK]**.

```
Menu ready
>Controle manual
>Resultados
>Parâmetros
>Sistema
>Automação
>Relatórios - impressão
```

2 Abrir diálogo de controle

- Selecionar o ponto do menu **Automação** e pressionar **[OK]**.

```
Automação ready
Tabela de amostras off
Início automatico off
```

3 Ativar tabela de amostras

- Selecionar **Tabela de amostras** e pressionar **[OK]**.
- Na lista de seleção, selecionar a entrada **on** e aplicar com **[OK]**.
- Pressionar **[BACK]**.

No menu principal, é exibido o ponto do menu **Tabela de amostras**:

```

Menu ready
>Controle manual
>Resultados
>Parâmetros
>Tabela de amostras
>Sistema
>Automação
>Relatórios - impressão

```

A tabela de amostras contém linhas numeradas. De cada amostra são exibidas a identificação (**ID1**) e a quantidade de amostra.

```

Tabela de amostras ready
1 #8805923 1.0 g
2 #8805824 1.0 g
3 #8805926 1.0 g
4 #8805927 1.0 g
5 ...
Editar Excluir Inserir Nova +

```

Editar

Editar os dados da linha selecionada, ver capítulo a seguir.

Excluir

Excluir a linha selecionada da tabela de amostras.

Inserir

Inserir uma nova linha antes da linha selecionada.

Nova

Excluir completamente a tabela de amostras. Esta função só é visível, se o equipamento apresentar o status **ready**.

Salvar

Salvar tabela de amostras. A tabela de amostras é salva na memória interna.



NOTA

Só é possível salvar uma tabela de amostras. Se você salvar uma tabela de amostras, a tabela de amostras salva anteriormente será sobrescrita automaticamente.

Chamar

Abriu a tabela de amostras da memória interna.

5.7.2 Editar dados da amostra

Dados da amostra	
Método	Me4155
ID1	#8805923
ID2	
Qtde. amostra	1.0
Unidade	g
←- Linha 1 de 4 -→	

Na parte inferior, se encontra o número da linha selecionada e o número da linha da última linha com dados. Neste exemplo, a primeira linha está aberta e a tabela de amostras contém quatro linhas.

Com as teclas [←] e [→], é possível folhear entre os registros individuais de dados.

Inserir nova linha

Se você estiver na última linha (no exemplo acima, **linha 4 de 4**), é possível inserir uma nova linha na tabela de amostras ao se pressionar novamente [→]. Os dados da amostra anterior serão aplicados.

Método

Método utilizado para o processamento da amostra.

Seleção	Seleção dos métodos salvos vazio
Valor padrão	vazio

vazio

O método aberto no momento está sendo utilizado.

ID1

Identificação da amostra. A identificação da amostra pode ser utilizada como variável **CI1** em cálculos.

Entrada	no máx. 10 caracteres
Valor padrão	vazio

ID2

Identificação da amostra. A identificação da amostra pode ser utilizada como variável **CI2** em cálculos.

Entrada	no máx. 10 caracteres
Valor padrão	vazio

Qtde. amostra

Quantidade de amostra. O valor da quantidade de amostra pode ser utilizado como variável **C00** em cálculos.

Faixa de entrada	-999999999...999999999
Valor padrão	1,0

Unidade

Unidade da quantidade de amostra.

Seleção	g mg µg mL µL amostra Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	g

Definido(a) pelo usuário

É possível criar uma unidade definida pelo usuário. Esta é aplicada na lista de seleção. O registro válido até então será sobrescrito, quando uma nova unidade for definida.

5.7.3 Enviar quantidade de amostra da balança

Tabela de amostras		ready
1	#8805923	1.0 g
2	#8805824	1.0 g
3	#8805926	1.0 g
4	#8805927	1.0 g
5	...	

Editar Excluir Inserir Nova +

Se a quantidade de amostra for enviada diretamente da balança, ela será sempre registrada em uma nova linha no fim da tabela de amostras. Não é importante qual é a linha selecionada ou se a tabela de amostras está aberta ou não. No exemplo acima, a quantidade de amostra é registrada na linha 5.



NOTA

Se você quiser registrar a quantidade de amostra em uma linha determinada, abra o respectivo diálogo de edição (ou seja, o diálogo **Dados da amostra** é exibido).

Se o diálogo de edição para a quantidade de amostra estiver aberto, o valor enviado será ignorado.

5.8 Executar determinação

Quando você executar uma determinação, poderá fazer a entrada da quantidade de amostra das seguintes maneiras:

- Fazer entrada manual no equipamento.
- Enviar automaticamente de uma balança conectada. Consulte para isso o manual da sua balança.

Proceda da seguinte forma para executar uma determinação:

1 Abrir método

- Ver capítulo "Métodos", página 41.

2 Iniciar condicionamento

- Pressionar [START].

O condicionamento é iniciado. **Condicionamento não atingido** é exibido até que o ponto final seja alcançado. O agente é titulado até o ponto final. Isto é exibido através de **Condicionamento OK**. Este estado é mantido estável.

```

KFC                                cond.ok
Condicionamento OK
++desvio          1.8 µg/min
Agitador
  
```

Com a função **Agitador**, é possível alterar a velocidade de agitação. Pressionar [OK] para abrir o seguinte diálogo:

```

Agitador                            cond.ok
Agitador on      Taxa 8
Off Agitar- Agitar+
  
```

Com **Agitar-**, é possível reduzir a velocidade de agitação, com **Agitar+** é possível elevá-la. **Off** desliga o agitador. Em seu lugar é exibido então **On**. Assim o agitador pode ser ligado novamente. Com [BACK], este diálogo é fechado.

3 Adicionar amostra

- Quando for exibido **Condicionamento OK**, pressionar **[START]**. O condicionamento é interrompido. O pedido de adição da amostra é exibido durante 8 s. Durante este tempo é preciso adicionar a amostra.

```

KFC                               busy
Adicionar amostra                   6 s
Agitador
  
```

- Adicionar amostra.

Em seguida, se efetua a consulta da quantidade de amostra:

```

KFC                               hold
Qtde. amostra                       1.0
Pressione [START] p/ continuar
  
```

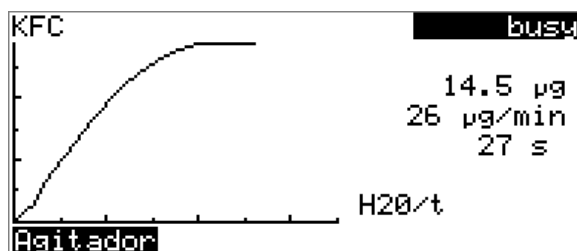
4 Digitar quantidade de amostra

- Pressionar **[OK]**. O diálogo de edição é aberto.
- Digitar a quantidade de amostra e aplicar com **Aceitar** ou **[BACK]**.

5 Iniciar titulação

- Pressionar **[START]**.

A titulação é iniciada e a curva exibida:



Os eixos são colocados automaticamente em escala.

Durante a titulação, é possível alterar a velocidade de agitação com a função **Agitador**. Pressionar **[OK]** para abrir o seguinte diálogo:

```

Agitador                               cond. busy
-----
Agitador  on  Taxa  8
-----
Off Agitar- Agitar+

```

Com **Agitar-**, é possível reduzir a velocidade de agitação, com **Agitar+** é possível elevá-la. **Off** desliga o agitador. Em seu lugar é exibido então **On**. Assim o agitador pode ser ligado novamente. Com **[BACK]**, este diálogo é fechado.

Após a conclusão da titulação, é exibido o diálogo de resultado:

```

Resultados                             cond. busy
-----
Water 0.998 mg/g
Desvio (auto) 2.5 µg/min
Tempo corr. desvio 146.9 s
EP1 1829.1 µg
Parada normal
-----
Curva Recalcular Estatist.

```

O condicionamento é reiniciado no fundo automaticamente. O status atual do condicionamento se encontra na exibição de status na parte superior direita da janela de diálogo (**cond.busy** ou **cond.ok**).

6 Retornar ao diálogo do condicionamento

- Pressionar **[BACK]**.
É exibido o diálogo principal com os dados da amostra da titulação concluída anteriormente.
- Selecionar **Menu** e pressionar **[OK]**.
- Selecionar o ponto do menu **Curva online** e pressionar **[OK]**.

```

Menu                               cond. busy
-----
>Resultados
>Curva online
>Parâmetros
>Relatórios - impressão

```

É exibido o status atual do condicionamento (ver etapa de instrução 2).

Quando você quiser iniciar a próxima titulação, repita as ações a partir da etapa de instrução 3.

Cancelar determinação manualmente

É possível cancelar uma determinação a qualquer momento com a tecla [STOP].

5.9 Modificações online

5.9.1 Editar dados da amostra da determinação em curso

É possível digitar ou alterar os dados da amostra no diálogo principal mesmo durante a determinação em curso. Em cálculos são utilizados sempre os dados da amostra que são digitados no fim da titulação no diálogo principal.

Proceda da seguinte forma para editar os dados da amostra:

1 Exibir diálogo principal

- Pressionar [BACK].

O diálogo principal é exibido. A determinação continua correndo no fundo.

2 Editar dados da amostra

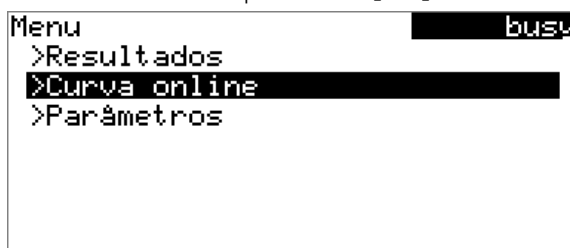
- Editar os dados da amostra e aplicar com **Aceitar** ou [BACK].

3 Exibir diálogo online

- Pressionar [BACK].

ou

- Selecionar **Menu** e pressionar [OK].



- Selecionar o ponto do menu **Curva online** e pressionar [OK].

O diálogo online é exibido novamente.

**NOTA**

Se a determinação for concluída enquanto um diálogo de edição estiver aberto (por exemplo, da quantidade de amostra), ele é fechado automaticamente e o diálogo do resultado é exibido. O valor digitado deve ser digitado novamente e a determinação recalculada.

Assegure-se de que os diálogos de edição estão fechados, antes de concluir a determinação.

5.9.2 Editar tabela de amostras durante determinação em curso

Quando uma determinação está em curso, é possível inserir novas linhas ou excluir linhas existentes e também editar dados da amostra.

**NOTA**

Para que não surjam problemas durante o processamento e para que sempre haja dados atuais para o cálculo, recomendamos que feche sempre o diálogo de edição.

Editar tabela de amostras

Proceda da seguinte forma para editar a tabela de amostras:

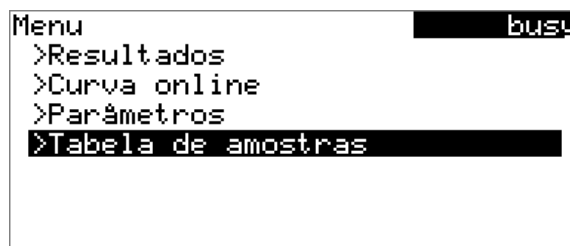
1 Exibir diálogo principal

- Pressionar **[BACK]**.

O diálogo principal é exibido. A determinação continua correndo no fundo.

2 Abrir menu principal

- Selecionar **Menu** e pressionar **[OK]**.



3 Selecionar dados da amostra

- Selecionar o ponto do menu **Tabela de amostras** e pressionar **[OK]**.

- Selecionar a linha desejada.
- Na barra de função, selecionar **Editar** e pressionar **[OK]**.

4 Editar dados da amostra

- Editar os dados da amostra e aplicar com **Aceitar** ou **[BACK]**.



NOTA

Além dos dados da amostra, também é possível alterar o método, mas não com a determinação em curso.

5 Exibir diálogo online

- No menu principal, selecionar o ponto do menu **Curva online** e pressionar **[OK]**.

ou

- No diálogo principal, pressionar **[BACK]**.

O diálogo online é exibido novamente.

Editar dados da amostra com determinação em curso

Se utilizar a tabela de amostras, a edição dos dados da amostra funciona com a determinação em curso como descrito em *capítulo 5.9.1, página 54*. Além disso, é possível editá-los na tabela de amostras. A primeira linha contém sempre os dados da amostra da determinação em curso. Para isso, selecione no menu principal o ponto do menu **Tabela de amostras** (ver "Editar tabela de amostras", página 55).

5.9.3 Editar parâmetros online

Enquanto uma determinação está em curso, é possível alterar determinados parâmetros do método. É possível alterar apenas os parâmetros que forem selecionáveis. Mas todos os parâmetros estão visíveis. Os parâmetros alterados são considerados imediatamente. Se, por exemplo, o parâmetro **Tempo de extração** for elevado enquanto o tempo de extração ainda estiver correndo, o novo valor será considerado imediatamente. Se, no entanto, este parâmetro for alterado após o fim do tempo de extração, o valor alterado só será considerado na próxima determinação.

Proceda da seguinte forma para editar os parâmetros:

1 Exibir diálogo principal

- Pressionar **[BACK]**.

O diálogo principal é exibido. A determinação continua correndo no fundo.

2 Abrir menu principal

- Selecione **Menu** e pressione **[OK]**.

```

Menu                                cond. busu
>Resultados
>Curva online
>Parâmetros
  
```

3 Editar parâmetros do método

- Selecione o ponto do menu **Parâmetros** e pressione **[OK]**.
- Alterar de forma correspondente os parâmetros desejados.

4 Exibir diálogo online

- No menu principal, selecione o ponto do menu **Curva online** e pressione **[OK]**.

ou

- No diálogo principal, pressione **[BACK]**.

O diálogo online é exibido novamente.

5.10 Resultados

Menu ► Resultados

Após a conclusão da titulação, é exibido o diálogo de resultado:

```

Resultados                          cond. busu
Water                                0.993 mg/a
Desvio (auto)                        2.5 µg/min
Tempo corr. desvio                    146.9 s
EP1                                  1829.1 µg
Parada normal
Curva Recalcular Estatíst.
  
```

Na síntese, são exibidos o resultado calculado, detalhes do desvio e do ponto final.

Curva

Exibir a curva da determinação atual.

Recalcular

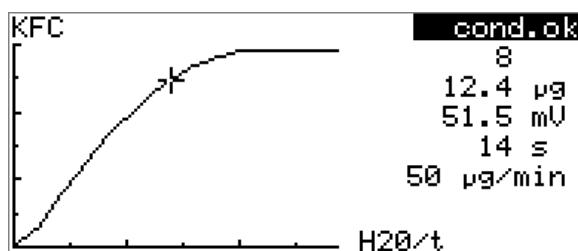
Recalcular a determinação atual. O procedimento é ativado diretamente.

Estatíst.

Exibir a visão geral estatística de uma série de determinação (ver capítulo 5.11, página 58).

Exibir curva

Com a função **Curva**, é possível exibir a curva da determinação atual.



Com as teclas de seta [←] e [→], é possível deslocar os pontos medidos individuais. A posição momentânea é exibida na curva através de um retículo. No lado direito são exibidos os dados (quantidade de água, valor medido, tempo, etc.) do respectivo ponto medido.

Recalcular



NOTA

Recalcular não pode ser desfeito.

Com a função **Recalcular**, todos os resultados são recalculados. Isto é necessário quando, por exemplo, o cálculo ou a quantidade de amostra tiverem sido alterados.

5.11 Estatística

Menu ► Resultados ► Estatíst.

No diálogo **Resultados**, é possível exibir, com a função **Estatíst.**, a visão geral da estatística de uma série de determinação.



NOTA

Esta função só está visível quando a estatística estiver ativada.

Estatíst.	cond.ok
Water	
Média(3) 0.992 mg/g	
s abs 0.0010 mg/g	
s rel 0.10 %	
Determinação 3/3	
Detalhes Apagar dados Aumentar	

Na visão geral, são exibidos o valor médio (**Média**), o desvio padrão absoluto e o relativo (**s abs** e **s rel**). No valor médio, é exibido entre parênteses o total de resultados individuais, dos quais o valor médio foi calculado. Neste exemplo são 3. A linha **Estatíst.** mostra quantas determinações já foram realizadas e quantas determinações deverão ser realizadas no total. Neste exemplo, todas as três determinações foram realizadas.

Detalhes

Exibir outros dados.

Apagar dados

Excluir todos os dados estatísticos.

Aumentar

Inserir outra determinação na série de determinação.

Exibir detalhes da estatística

Com a função **Detalhes**, é possível exibir outros dados da série de determinação.

Detalhes	cond.ok
Resultado	Qtde. amostra
1 0.993 mg/g	1.49335 g
2 0.991 mg/g	0.77779 g
3 0.992 mg/g	1.84385 g
On/Off	

São exibidos o resultado e a quantidade de amostra de cada determinação.

On/Off

Remover a determinação selecionada da estatística. A linha será marcada com um asterisco (*), a estatística será recalculada automaticamente. Se outros cálculos estiverem definidos no método, todos os resultados serão removidos da estatística.

Excluir dados estatísticos

Com a função **Apagar dados**, todos os dados estatísticos são excluídos. Nos seguintes casos, os dados estatísticos são excluídos automaticamente:

- Quando todas as determinações da série de determinação tiverem sido realizadas e, em seguida, uma determinação for novamente iniciada.
- Se um novo método for aberto.

Inserir determinação em uma série de determinação

Com a função **Aumentar**, é possível inserir mais uma amostra em uma série de determinação, porque, por exemplo, uma determinação estava incorreta ou foi necessário removê-la da estatística. Na linha **Estatist.**, o segundo algarismo é elevado automaticamente a uma unidade.

5.12 Imprimir relatório manualmente

Menu ► Relatórios - impressão

Proceda da seguinte maneira para imprimir um relatório manualmente:

1 Abrir menu principal

- No diálogo principal, selecionar **Menu** e pressionar **[OK]**.

```
Menu ready
>Controle manual
>Resultados
>Parâmetros
>Sistema
>Automação
>Relatórios - impressão
```

2 Abrir diálogo de impressão

- Selecionar o ponto do menu **Relatórios - impressão** e pressionar **[OK]**.

A janela de diálogo é aberta com os possíveis relatórios:

```
Relatórios - impressão ready
Resultados
Curva
Lista de pontos medidos
Parâmetros
Sistema
Cálculos/Estatísticas
PC/LIMS ↓
```

3 Selecionar relatório

- Selecionar o relatório desejado e pressionar **[OK]**.

O relatório é impresso.

É possível imprimir os seguintes relatórios manualmente:

Resultados	Relatório de resultado com características da determinação, dados da amostra, resultados calculados, etc.
Curva	Relatório da curva. A largura da curva é definida nas configurações do sistema (ver "Largura do gráfico", página 69).
Lista de pontos medidos	Relatório de listas de pontos medidos.
Parâmetros	Relatório com todos os parâmetros do método aberto.
Sistema	Relatório do sistema com configurações do sistema, equipamentos externos, etc.
Cálculos/Estatísticas	Relatório de cálculo. No caso de determinações múltiplas, a estatística também é impressa. Para cada resultado, são impressas as determinações individuais com a respectiva quantidade de amostra e o valor médio, o desvio padrão absoluto e o relativo.
PC/LIMS	Relatório legível por máquina com todos os dados de uma determinação. Este relatório pode ser salvo como arquivo TXT em um pen drive USB conectado ou enviado através de uma interface RS-232 a um programa terminal ou a um LIMS. A definição é feita nas configurações do sistema (ver "Relatório PC/LIMS", página 69).
Relatório conforme método	São impressos os relatórios definidos no método.

5.13 Controle manual

Menu ► Controle manual

No controle manual, as seguintes funções estão disponíveis:

- Agitar

```

Controle manual          ready
Agitador  off          Taxa  8
-----
On Agitar- Agitar+

```

Na barra de função são listadas as possíveis subfunções.

5.13.1 Agitar

É possível controlar manualmente o agitador instalado no Coulometer ou um agitador conectado.

Proceda da seguinte forma:

1 Abrir controle manual

- No diálogo principal, selecionar **Menu** e pressionar **[OK]**. O menu principal é aberto.
- Selecionar o ponto do menu **Controle manual** e pressionar **[OK]**.

O controle manual é aberto.

2 Configurar velocidade de agitação

```

Controle manual          ready
Agitador  off          Taxa  8

```

```

On Agitar- Agitar+

```

- Na barra de função, selecionar **Agitar-** ou **Agitar+**. Cada vez que se pressiona a tecla **[OK]**, a velocidade de agitação é reduzida e/ou elevada em um nível. Com o sinal, é alterada a direção na qual o agitador opera. Observando-se o agitador de cima, isto significa:
 - "+": rotação em sentido anti-horário
 - "-": rotação em sentido horário

3 Ligar agitador

- Na barra de função, selecionar **On** e pressionar **[OK]**.

O agitador é iniciado e agita com a velocidade configurada. Na barra de função será exibido agora **Off**.

4 Desligar agitador

- Na barra de função, selecionar **Off** e confirmar com **[OK]**.

O agitador é parado.

6 Configurações do sistema

6.1 Configurações básicas

Menu ► Sistema ► Configurações

Neste capítulo são descritas as configurações gerais dos equipamentos.

Nome do usuário

Aqui, você poderá digitar um nome de usuário para o relatório. Este parâmetro é somente impresso quando tiver sido definido um usuário.

Entrada	no máx. 12 caracteres
Valor padrão	vazio

Nome do equipamento

Aqui, você poderá digitar um nome do equipamento para o relatório. Este parâmetro é somente impresso quando tiver sido definida uma designação.

Entrada	no máx. 10 caracteres
Valor padrão	vazio

Número de série

Número de série do equipamento. É impresso como componente da identificação do equipamento no cabeçalho do relatório.

Versão do programa

Número da versão do software do equipamento. É impresso como componente da identificação do equipamento no cabeçalho do relatório.

Hora

Hora atual. Somente podem ser digitados números consideráveis.

Formato: hh:mm:ss

Data

Data atual. Somente podem ser digitados números consideráveis.

Formato: AAAA:MM:DD

Idioma

Configuração do idioma do diálogo. Adicionalmente, para além do inglês, pode ser selecionado um outro idioma.

**NOTA**

Para que possa ser selecionado um segundo idioma, é preciso que o mesmo tenha sido previamente instalado. A instalação tem que ter sido realizada por pessoal experiente. No capítulo *Arquivos de idiomas, página 72* você encontra detalhes sobre a instalação de um segundo idioma.

Nível usuário

Para a operação de rotina, é possível limitar o diálogo do usuário. No diálogo limitado é possível trabalhar normalmente com métodos. Porém, não é possível realizar configurações ou excluir métodos.

A comutação do diálogo fica com efeito assim que você abandonar o menu principal.

A limitação do diálogo provoca o seguinte:

- No menu principal, os pontos do menu **Sistema, Parâmetros e Automação** são suprimidos.
- Os métodos somente podem ser abertos, mas não excluídos, exportados ou criados de novo.

**NOTA**

Quando o diálogo limitado estiver ativado para a o funcionamento de rotina, o diálogo para especialistas não pode ser ativado no funcionamento a decorrer. Para a alteração do tipo de diálogo é preciso desligar o 899 Coulometer e voltar a ligar o mesmo. Assim que o equipamento voltar a arrancar, é possível forçar o diálogo para especialistas. Depois, é possível realizar quaisquer configurações tais como, p.ex., a alteração do tipo de diálogo. Quando equipamento voltar a ser desligado sem alteração do tipo de diálogo, o diálogo de rotina permanece ativado.

Forçar o diálogo para especialistas:

- Ligar o equipamento.
- Aguarde até que o logotipo com a inscrição **easy, safe, precise** seja exibido.
- Volte a pressionar a tecla **[STOP]** e mantenha a mesma pressionada, pressionando também brevemente a tecla **[BACK]**.
- Volte a liberar ambas as teclas.

Seleção	Avançado Rotina
Valor padrão	Avançado

Avançado

Diálogo completo.

Rotina

Diálogo limitado para o funcionamento de rotina.

Contraste

Com as teclas de cursor [←] e [→] você poderá configurar o contraste da exibição.

- [←]: o contraste é respectivamente reduzido em um nível.
- [→]: o contraste é respectivamente aumentado em um nível.

Faixa de entrada	150...240
------------------	------------------

Valor padrão	212
--------------	------------

**NOTA**

Como alternativa é possível alterar o contraste do seguinte modo:

É preciso manter a tecla vermelha **[STOP]** pressionada. Assim que aparecer a barra de progresso, pressionar múltiplas vezes e adicionalmente a tecla de cursor [↓] ou [↑]

Com este método é alterado o contraste em vários níveis.

Bip

Se este parâmetro estiver ativado, se segue um sinal sonoro breve nos seguintes casos:

- Em caso de um pressionamento da tecla.
- No final da determinação.
- Se o sistema estiver condicionado de modo ininterrupto durante 10 seg.

Seleção	on off
---------	-----------------

Valor padrão	on
--------------	-----------

6.2 Gerenciar variáveis comuns

6.2.1 Geral

Menu ► Sistema ► Variáveis comuns

O equipamento oferece a possibilidade de salvar cinco **variáveis independentes do método**, ou seja, as designadas variáveis comuns. Estas variáveis permanecem salvas no equipamento e podem ser utilizadas em cálculos futuros. Uma variável comum é útil, p.ex., para a seguinte aplicação:

- Determinação de um valor branco que é considerado durante a determinação do teor da amostra.

Variáveis comuns		ready
CV01	1.0472	
CV02	0.9638	
CV03	0.0	
CV04	0.0	
CV05	0.0	

Editar Excluir

As variáveis comuns possuem a designação não alterável **CV01...CV05**. Para cada variável é indicado o valor. Às variáveis comuns não pode ser atribuída nenhuma unidade.

Editar

Editar os dados da variável comum selecionada, ver capítulo a seguir.

Excluir

Definir a variável comum selecionada em **incorreto (a)**.

6.2.2 Editar as variáveis comuns

As variáveis comuns podem ser alteradas da seguinte maneira:

- Manualmente neste diálogo.
- Atribuição automática da sequência de determinações. Para tal, é preciso configurar devidamente um resultado de cálculo (ver o seguinte).

Atribuir automaticamente o resultado a uma variável comum

Proceda da seguinte forma:

1 Abrir o diálogo de edição do resultado

- Selecionar o ponto do menu **Parâmetros ► Cálculos** e pressionar **[OK]**.

- Selecionar o resultado cujo valor deve ser atribuído a uma variável comum.
- Na barra de função, selecionar **Editar** e pressionar **[OK]**.

Editar cálculo	ready
Nome do resultado	Blank
R1=	EPI
Casas decimais	2
Unidade resultado	µg
Salvar como CV	on

2 Adaptar as propriedades do resultado

- Selecionar o parâmetro **Salvar como CV** e pressionar **[OK]**.
- Na lista de seleção, selecionar a entrada **on** e aplicar com **[OK]**.

A atribuição do resultado a uma variável comum é automaticamente realizada conforme o seguinte esquema:

- Resultado **R1** ⇒ variável comum **CV01**
- Resultado **R2** ⇒ variável comum **CV02**
- etc.



NOTA

Se você tiver colocado o parâmetro **Estatíst.** em **on**, o valor médio dos resultados é atribuído à respectiva variável comum.

6.3 Gerenciador de arquivo

Menu ► Sistema ► Gerenciador de arquivo



NOTA

Este ponto do menu somente é visível, se um pendrive USB estiver conectado como memória externa.

Neste diálogo é possível importar e excluir os métodos de um pendrive USB. Na lista somente são exibidos os métodos localizados no diretório **Files** (ver "Estrutura de diretórios no pendrive USB", página 68).

A partir do sistema (todos os dados e configurações) é possível criar uma cópia de segurança (backup). Além disso, também é possível voltar a abrir uma cópia de segurança existente.

Importar

Importar o método selecionado.

Excluir

Excluir o método selecionado.

Backup

Criar uma cópia de segurança de todos os dados e configurações no pendrive USB.

**NOTA**

É possível criar somente **uma** cópia de segurança no mesmo pendrive USB.

Se no pendrive já estiver salva uma cópia de segurança, a mesma é sobrescrita assim que a função voltar a ser executada.

Restaurar

Abriu a cópia de segurança a partir de um pendrive USB conectado.

Estrutura de diretórios no pendrive USB

No pendrive USB é criado um diretório com o número do equipamento. A estrutura dentro deste diretório é a seguinte:



Figura 24 Estrutura de diretórios no pendrive USB

Backup

Neste diretório são guardados todos os arquivos da cópia de segurança. O diretório é criado assim que for criada uma cópia de segurança pela primeira vez.

Files

Os métodos exportados são guardados neste diretório. O diretório é criado assim que for exportado um método pela primeira vez.

Somente é possível importar métodos que se encontram neste diretório.

pc_lims_report

Neste diretório são guardados os relatórios PC/LIMS como arquivo TXT. O diretório é criado assim que for impresso um relatório PC/LIMS pela primeira vez.

6.4 Configurar equipamentos externos

Menu ► Sistema ► Dispositivos externos

Relatório PC/LIMS

Indicação do local de memorização para o relatório PC/LIMS. O relatório PC/LIMS é um relatório legível por máquina com todos os dados importantes de uma determinação. O mesmo pode ser salvo da seguinte forma:

- Como arquivo TXT em um pendrive USB.
- Por meio de uma interface RS-232 em um LIMS. Para tal, você precisa da interface RS-232/USB Box 6.2148.030.

Seleção	COM2 Pendrive
Valor padrão	Pendrive

COM2

O relatório é enviado por meio da interface COM2. São utilizados os parâmetros das interfaces que estão configurados no diálogo **Configurações COM2** (ver "Editar as configurações COM2", página 71).

Pendrive

O relatório é salvo como arquivo TXT em um pendrive USB na pasta **pc_lims_report**.

impressora

Quando você tiver conectado uma impressora, terá de definir aqui o tipo de impressora para que os relatórios sejam corretamente impressos.

As impressoras que são identificadas com **ESC-POS** são designadas impressoras POS (impressora Point-of-sale), ou seja, as mesmas imprimem sobre papel contínuo.

Seleção	Citizen (ESC-POS) Custom (ESC-POS) Epson Epson (ESC-POS) HP DeskJet HP LaserJet Seiko (ESC-POS)
Valor padrão	Custom (ESC-POS)

Largura do gráfico

Adapte a largura da curva a ser impressa à largura do papel de sua impressora. O valor padrão depende da impressora selecionada. A altura da curva é 2/3 da largura.

Faixa de entrada	100...3.000 pixéis
------------------	---------------------------

Tipo do teclado

Para facilitar a entrada de texto e a entrada de números, é possível conectar um teclado USB normal. Defina a ocupação específica do país das teclas.

Seleção	Inglês US Francês FR Alemão CH Alemão DE Espanhol ES
Valor padrão	Inglês US

Balança

Quando você tiver conectado uma balança, terá de definir aqui o tipo de balança.

Seleção	AND Mettler Mettler AT Mettler AX Ohaus Precisa Sartorius Shimadzu
Valor padrão	Sartorius

Na seguinte tabela é indicado para que modelos de balança tem de ser selecionado o respectivo tipo de balança:

Balança	Tipo de balança
AND	AND
Mettler AB, AE, AG, AM, AJ, PE, PM, PJ, PR, XP, XS	Mettler
Mettler AT	Mettler AT
Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S	Mettler AX
Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus	Ohaus
Precisa	Precisa
Sartorius	Sartorius
Shimadzu BX, BW	Shimadzu

Editar as configurações COM1

Menu ► Sistema ► Dispositivos externos ► Configurações COM1

Em **Configurações COM1** são configurados os parâmetros das interfaces para a balança conectada.

Baud rate

Taxa de transmissão em caracteres por segundo.

Seleção	1200 2400 4800 9600 19200 38400 57600 115200
Valor padrão	9600

Data bits

Quantidade de Data bits.

Seleção	7 8
Valor padrão	8

Stop bits

Quantidade de Stop bits.

Seleção	1 2
Valor padrão	1

Paridade

Tipo da verificação de paridade.

Seleção	even nenhuma odd
Valor padrão	nenhuma

Handshake

Tipo do protocolo de transmissão de dados.

Seleção	hardware software nenhuma
Valor padrão	hardware

**NOTA**

Quando surgem problemas de comunicação, configure o parâmetro **Handshake** para **software** e tente de novo.

Editar as configurações COM2

Menu ► Sistema ► Dispositivos externos ► Configurações COM2

Em **Configurações COM2** são configurados os parâmetros das interfaces para os equipamentos que estão conectados ao plug **RS-232/2** da interface RS-232/USB Box (p.ex. computador). Os parâmetros e áreas de entrada são idênticos aos da interface COM1.

6.5 Diagnóstico dos equipamentos

6.5.1 Abrir as versões do programa e os arquivos de idiomas

Menu ► Sistema ► Diagnose

As novas versões de programas ou os arquivos de idiomas podem ser abertos por um pendrive USB. O respectivo arquivo tem de ser salvo em um diretório com o número do equipamento **899** no pendrive USB.

Na estrutura do nome do arquivo poderá distinguir entre os arquivos de idiomas e os arquivos de programas.

Arquivos de programas

Os mesmos são específicos do equipamento. O nome do arquivo está estruturado da seguinte forma:

5XXXyyyy.bin em que

XXX = tipo de equipamento (899)

yyyy = versão do programa

Arquivos de idiomas

Os mesmos podem ser reconhecidos por meio do código de idioma de dois caracteres no nome do arquivo. Um arquivo de idioma contém os textos de diálogo para diversos tipos de equipamentos. O mesmo não é específico do equipamento. O nome do arquivo está estruturado da seguinte forma:

5848xxxxYY.bin em que

xxxx = número da versão

YY = idioma, p.ex., DE (alemão), FR (francês), ES (espanhol)

Abrir arquivo

Proceder do seguinte modo:

1 Conectar pendrive USB

- Inserir o pendrive USB com o adaptador (USB MINI (OTG) - USB A) 6.2151.100 no plug USB do equipamento.
- Ligar o equipamento.

2 Abrir o diálogo de atualização

- Em **Menu ► Sistema ► Diagnose**, selecionar o ponto de menu **Software update**.

- Pressionar **[OK]**.

```
Software update      ready
Program version     58990011

Press [START] key to continue
```

3 Abrir a seleção dos arquivos

- Pressionar **[OK]**.

É aberta a lista de seleção com os arquivos de programas e de idiomas disponíveis no pendrive USB.

4 Selecionar arquivo

- Selecionar o arquivo necessário com as teclas de cursor.
- Pressionar **[OK]**.

5 Iniciar a atualização

- Pressionar **[START]**.

O processo de atualização é iniciado, o mesmo decorre de modo autônomo. No final do processo, o equipamento é automaticamente desligado, voltando a ser ligado depois. Não é necessária uma intervenção do usuário.

6.5.2 Funções de diagnóstico

O controle de grupos de função eletrônicos e mecânicos de equipamentos Metrohm pode e deve ser feito no âmbito de uma manutenção regular por pessoal qualificado da Metrohm. Consulte o seu representante local Metrohm sobre as condições exatas para o fechamento de um respectivo contrato de manutenção.

7 Parâmetros

7.1 Titulações coulométricas Karl Fischer (KFC)

7.1.1 Condicionar

Menu ► Parâmetros ► Condicionamento

Em **Condicionamento** são definidas as condições para o condicionamento.

Condicionamento

Quando este parâmetro está ativado, no momento da primeira partida do método, é titulado o meio de trabalho com os parâmetros de controle predefinidos até o ponto final. Este estado é mantido estável. A sequência real do método inicia somente com o novo pressionamento de **[START]**. Após a titulação, o condicionamento volta a ser realizado automaticamente.

Seleção	on off
Valor padrão	on

Desvio inicial

Quando o desvio medido, durante um determinado período de tempo (o designado tempo de estabilização), for inferior a este valor, é exibido **Condicionamento OK** e a titulação pode ser iniciada. O tempo de estabilização é definido em **Condicionamento ► Tempo estabilização**.

Faixa de entrada	1...999 µg/min
Valor padrão	20 µg/min

Correção do desvio

A quantidade de pontos finais pode ser corrigida em função do desvio. Neste caso, o desvio é multiplicado com o tempo de correção do desvio e este valor é subtraído em seguida da quantidade de pontos finais. O tempo de correção do desvio é o intervalo de tempo entre o final do processo de condicionamento e o final da determinação.

Seleção	auto manual off
Valor padrão	auto

auto

Durante o início da titulação, o valor do desvio atual é automaticamente aceito.

manual

Quando o desvio for conhecido durante um período de tempo mais prolongado, o mesmo pode ser inserido manualmente.

off

Não é realizada nenhuma correção do desvio.

Valor do desvio

Este parâmetro somente é editável em **Correção do desvio = manual**.

Desvio para correção manual do desvio.

Faixa de entrada	0,0...99,9 µg/min
Valor padrão	0,0 µg/min

Início automático

Quando este parâmetro estiver ativado, a determinação é automaticamente iniciada quando a tensão medida mudar repentinamente. Esta configuração é ignorada enquanto o meio de trabalho não for condicionado.

Seleção	on off
Valor padrão	off

**NOTA**

Quando você estiver utilizando a função do início automático, recomendamos a redução do desvio inicial, assim como a definição de um tempo de estabilização.

Recomendação: desvio inicial $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$ / tempo de estabilização $\geq 30 \text{ s}$

Inclinação da curva

Este parâmetro somente é editável em **Início automático = on**.

Quando a alteração da tensão for maior do que este valor, a determinação é iniciada automaticamente.

Faixa de entrada	0...999 mV
Valor padrão	50 mV

Tempo estabilização

Tempo de espera, durante o qual o desvio medido tem que ser inferior ao desvio inicial definido e até ser exibido **Condicionamento OK**. O desvio inicial é definido em **Condicionamento ► Desvio inicial**.

Faixa de entrada	0...999.999 s
Valor padrão	0 s

Pausa ao solicitar

Quando este parâmetro estiver ativado, a sequência é parada durante a consulta. Quando o parâmetro estiver desativado, a titulação é iniciada em background.

Seleção	on off
Valor padrão	on

7.1.3 Parâmetros de controle

Menu ► Parâmetros ► Parâmetros de controle

Em **Parâmetros de controle** são definidos os parâmetros de controle para o ponto final.

EP em

Valor medido para o ponto final.

Faixa de entrada	-1.250,0...1.250,0 mV
Valor padrão	50,0 mV
Seleção	off



NOTA

Se lembre de que o parâmetro **EP em** está interligado com os parâmetros **Dinâmica** e **I(pol)**. Encontra explicações sobre este fato no capítulo 9.4 *Parâmetros de controle e corrente de polarização*, página 97.

Velocid. titulação

Para a velocidade da titulação é possível selecionar três conjuntos de parâmetros predefinidos.

Seleção	lenta otimizada rápida programar
Valor padrão	otimizada

lenta

Para amostras com teor de água profundo ou amostras que emitam sua umidade somente de modo lento.

otimizada

Para todas as titulações de padrão. Os parâmetros foram otimizados para as aplicações mais frequentes.

rápida

Para amostras não críticas com elevado teor de água.

programar

Os parâmetros individuais de titulação podem ser alterados.

As configurações das velocidades individuais da titulação estão apresentadas na *tabela 3, página 79*.

Dinâmica

Este parâmetro somente é editável em **Velocid. titulação = programar**.

Este parâmetro define a dinâmica antes do ponto final indicado. Na dinâmica, o iodo é produzido em passos individuais, a produção é regulada de modo preciso. Quanto mais próximo for o ponto final, mais lenta se torna a produção do iodo até a taxa definida em **Taxa mínima** ser alcançada. Quanto maior for a dinâmica, mais lenta se torna a titulação. Fora da dinâmica é gerado continuamente iodo, a taxa é definida em **Taxa máxima**.

Faixa de entrada	0,1...1.250,0 mV
Valor padrão	70,0 mV
Seleção	off

off

A produção de iodo é regulada de modo preciso durante toda a titulação.



NOTA

Se lembre de que o parâmetro **Dinâmica** está interligado com os parâmetros **EP em** e **I(pol)**. Encontra explicações sobre este fato no capítulo 9.4 *Parâmetros de controle e corrente de polarização, página 97*.

Taxa máxima

Este parâmetro somente é editável em **Velocid. titulação = programar**.

Taxa com a qual é produzido iodo fora da dinâmica.

Faixa de entrada	1,5...2.241,0 µg/min
Seleção	máx.
Valor padrão	máx.

Taxa mínima

Este parâmetro somente é editável em **Velocid. titulação = programar**.

Taxa com a qual é produzido iodo bem no início da titulação e na dinâmica no fim da titulação. Este parâmetro tem uma influência decisiva sobre a velocidade da titulação e, conseqüentemente, sobre a precisão. Quando menor for a taxa mínima selecionada, mais lenta se torna a titulação.

Faixa de entrada	0,3...999,9 µg/min
Valor padrão	15,0 µg/min

Tabela 3 Valores padrão das velocidades da titulação predefinidas para KFC

	Velocidade da titulação		
	lenta	otimizada	rápida
Dinâmica	120,0 mV	70,0 mV	30,0 mV
Taxa máxima	1000,0 µg/min	máximo	máximo
Taxa mínima	0,3 µg/min	15,0 µg/min	30,0 µg/min

Critério de parada

A titulação é cancelada quando o ponto final é alcançado e cumpre este critério de parada. Quando não tiver sido selecionado um critério de parada, a titulação não é cancelada. As condições de parada (*ver capítulo 7.1.5, página 82*) provocam sempre um cancelamento, mesmo quando o critério de parada não tiver sido alcançado.

Seleção	desvio tempo desv. rel. off
Valor padrão	desv. rel.

desvio

A titulação é cancelada quando o desvio de parada tiver sido alcançado.

tempo

A titulação é cancelada quando o ponto final tiver sido excedido durante um determinado tempo (**Tempo de espera**).

desv. rel.

A titulação é cancelada quando a soma do desvio for alcançada durante o início da titulação e o desvio de parada relativo for alcançado.

off

A titulação é somente cancelada quando as condições de parada tiverem sido cumpridas.

Desvio de parada

Este parâmetro somente é editável em **Critério de parada = desvio**.

Quando o ponto final e o desvio de parada tiverem sido atingidos, é cancelada a titulação.

Faixa de entrada	1...999 µg/min
Valor padrão	5 µg/min

Tempo de espera

Este parâmetro somente é editável em **Critério de parada = tempo**.

A titulação é cancelada quando ambos os critérios que se seguem tiverem sido cumpridos:

- A tensão no eletrodo indicador está situada na área "Ponto final +5 mV e ponto final -2 mV".
- O tempo aqui definido expirou.

Quando, p.ex. o parâmetro **EP em** estiver configurado para 50 mV e o parâmetro aqui definido **Tempo de espera** for de 10 seg., a tensão no eletrodo indicador deveria se situar entre 55 mV e 48 mV durante 10 seg. para que a titulação fosse cancelada.

Faixa de entrada	0...999 s
Valor padrão	10 s

Desvio parada relat

Este parâmetro somente é editável em **Critério de parada = desv. rel..**

Quando o ponto final e a soma do desvio forem alcançados durante o início da titulação e do desvio de parada relativo, é cancelada a titulação.

Faixa de entrada	1...999 µg/min
Valor padrão	5 µg/min

7.1.4 Parâmetros de titulação

Menu ► Parâmetros ► Parâmetros titulação

Em **Parâmetros titulação** são definidos os parâmetros que influenciam a sequência de toda a titulação.

Tempo de extração

Duração mínima da titulação. Durante o tempo de extração não é cancelada a titulação, mesmo quando o ponto final já tiver sido alcançado. A titulação é cancelada quando durante este tempo é cumprida uma condição de parada (*ver capítulo 7.1.5, página 82*). A inserção de um tempo de extração é útil, p.ex., em amostras que expulsem a água somente de modo lento ou quando é utilizado um forno Karl Fischer.

Faixa de entrada	0...999.999 s
Valor padrão	0 s

Eletrodo gerador

Tipo do eletrodo gerador.

Seleção	c/ diafragma s/ diafragma
Valor padrão	s/ diafragma

c/ diafragma

Eletrodo gerador com diafragma.

s/ diafragma

Eletrodo gerador sem diafragma.

Corr. eletr. gerador

Corrente de polarização no eletrodo gerador.

Seleção	100 mA 200 mA 400 mA auto
Valor padrão	400 mA

400 mA

Valor padrão, quando **Eletrodo gerador = s/ diafragma**

auto

A corrente é adaptada à condutividade do reagente e reduzida automaticamente quando próxima do ponto final. Valor padrão, quando

Eletrodo gerador = c/ diafragma

Agitador

Se este parâmetro estiver ativado, o agitador é ligado durante o tipo de determinação.

Seleção	on off
Valor padrão	on

Velocidade de agitação

Configuração da velocidade de agitação. A mesma pode ser ajustada em níveis de -15 a +15. O ajuste padrão **8** corresponde a 1.000 rpm. A fórmula para o cálculo da rotação está indicada no *capítulo 9.1, página 93*. A velocidade de agitação ótima pode ser testada na operação manual.

Com o sinal, é alterada a direção na qual o agitador opera. Observando-se o agitador de cima, isto significa:

- "+": rotação em sentido anti-horário
- "-": rotação em sentido horário

Faixa de entrada	-15...15
Valor padrão	8

I(pol)

A corrente de polarização é a corrente criada em um eletrodo polarizável durante a medição voltamétrica.

Seleção	5 µA 10 µA 20 µA 30 µA
Valor padrão	10 µA

**NOTA**

Se lembre de que o parâmetro **I(pol)** está interligado com os parâmetros **Dinâmica** e **EP em**. Encontra explicações sobre este fato no capítulo 9.4 *Parâmetros de controle e corrente de polarização*, página 97.

Teste do eletrodo

Para eletrodos polarizáveis é possível realizar um teste de eletrodos. Neste caso, se verifica se um eletrodo está conectado e não existe um curto-circuito. O teste de eletrodos é realizado assim que a determinação é iniciada.

Seleção	on off
Valor padrão	off

Interv. reg. pontos

Intervalo de tempo para a entrada de um ponto medido na lista de pontos medidos. A lista de pontos medidos está limitada a 1.000 pontos medidos.

Faixa de entrada	0,1...999.999,0 s
Valor padrão	2,0 s

Temperatura

Temperatura manualmente inserida.

Faixa de entrada	-20,0...150,0 °C
Valor padrão	25,0 °C

7.1.5 Condições de parada**Menu ► Parâmetros ► Condições de parada**

Em **Condições de parada** são definidas as condições para o cancelamento da titulação, caso este não seja automático. Isto poderá ser o caso quando o último ponto final definido não for alcançado ou o critério de parada (*ver "Critério de parada", página 79*) não for cumprido.

Tempo de parada

A titulação é cancelada quando, desde o início da titulação, o tempo inserido tiver expirado.

Faixa de entrada	1...999.999 s
Seleção	off
Valor padrão	off

7.1.6 Cálculo

7.1.6.1 Geral

Menu ► Parâmetros ► Cálculos

Em um método podem ser definidos no máximo cinco cálculos. Para os cálculos está disponível uma série de variáveis (dados não processados da determinação, resultados anteriormente calculados). Para cada cálculo é possível definir se o resultado deve ser salvo como variável comum.



Na lista é indicado o nome do resultado para cada cálculo.

Cada um dos modelos de métodos **KFC**, **KFC-Blank** e **Blank** já contém um cálculo. Cada um destes cálculos já possui um nome do resultado adequado. Você poderá adaptar o mesmo em função da necessidade.

Editar

Editar os dados do cálculo selecionado, ver capítulo a seguir.

Excluir

Excluir o cálculo selecionado.

7.1.6.2 Editar cálculos

Método "KFC"

Nome do resultado

O nome do resultado é o texto que é lançado na indicação do resultado e no relatório.

Entrada	12 caracteres
Valor padrão	R1: Water / R2-R5: vazio

Fórmula de cálculo "R1"

EP1/C00

R2...R5

Indicação da fórmula de cálculo. Para a definição, é aberto um editor especial (ver capítulo 5.3, página 40).

Entrada	30 caracteres
Valor padrão	vazio

Casas decimais

Quantidade de casas decimais, com a qual é exibido o resultado.

Faixa de entrada	0...5
Valor padrão	R1: 1 / R2-R5: 2

Unidade resultado

A unidade de resultado é indicada e guardada em conjunto com o resultado.

R1	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	ppm

R2-R5	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	%

Definido(a) pelo usuário

É possível criar uma unidade definida pelo usuário. Esta é aplicada na lista de seleção. A entrada válida até então será sobrescrita, quando uma nova unidade for definida. Deste modo, também é possível criar uma entrada vazia.

Salvar como CV

O resultado calculado pode ser salvo como variável independente do método, uma designada variável comum. Depois, o resultado se encontra disponível em outros métodos para os cálculos. Quando a estatística estiver ativada, é guardado o valor médio atual da série de determinação.

Seleção	on off
Valor padrão	off

Método "KFC-Blank"

Nome do resultado

O nome do resultado é o texto que é lançado na indicação do resultado e no relatório.

Entrada	12 caracteres
Valor padrão	R1: Water / R2-R5: vazio

Fórmula de cálculo "R1"

$$(EP1-CV01)/C00$$

CV01 é a variável comum 01 e corresponde ao resultado do cálculo do Método "Blank", página 86.

R2...R5

Indicação da fórmula de cálculo. Para a definição, é aberto um editor especial (ver capítulo 5.3, página 40).

Entrada	30 caracteres
Valor padrão	vazio

Casas decimais

Quantidade de casas decimais, com a qual é exibido o resultado.

Faixa de entrada	0...5
Valor padrão	R1: 1 / R2-R5: 2

Unidade resultado

A unidade de resultado é indicada e guardada em conjunto com o resultado.

R1	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	ppm

R2-R5	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	%

Definido(a) pelo usuário

É possível criar uma unidade definida pelo usuário. Esta é aplicada na lista de seleção. A entrada válida até então será sobrescrita, quando uma nova unidade for definida. Deste modo, também é possível criar uma entrada vazia.

Salvar como CV

O resultado calculado pode ser salvo como variável independente do método, uma designada variável comum. Depois, o resultado se encontra disponível em outros métodos para os cálculos. Quando a estatística estiver ativada, é guardado o valor médio atual da série de determinação.

Seleção	on off
Valor padrão	off

Método "Blank"

Nome do resultado

O nome do resultado é o texto que é lançado na indicação do resultado e no relatório.

Entrada	12 caracteres
Valor padrão	R1: Blank / R2-R5: vazio

Fórmula de cálculo "R1"

EP1

R2...R5

Indicação da fórmula de cálculo. Para a definição, é aberto um editor especial (*ver capítulo 5.3, página 40*).

Entrada	30 caracteres
Valor padrão	vazio

Casas decimais

Quantidade de casas decimais, com a qual é exibido o resultado.

Faixa de entrada	0...5
Valor padrão	2

Unidade resultado

A unidade de resultado é indicada e guardada em conjunto com o resultado.

R1	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	µg

R2-R5	
Seleção	% mg mg/amostra mg/g mg/mL ppm µg Definido(a) pelo usuário
Valor padrão	%

Definido(a) pelo usuário

É possível criar uma unidade definida pelo usuário. Esta é aplicada na lista de seleção. A entrada válida até então será sobrescrita, quando uma nova unidade for definida. Deste modo, também é possível criar uma entrada vazia.

Salvar como CV

O resultado calculado pode ser salvo como variável independente do método, uma designada variável comum. Depois, o resultado se encontra

disponível em outros métodos para os cálculos. Quando a estatística estiver ativada, é guardado o valor médio atual da série de determinação.

R1	
Seleção	on off
Valor padrão	on
R2-R5	
Seleção	on off
Valor padrão	off

7.1.7 Estatística

Menu ► Parâmetros ► Estatíst.

Em **Estatíst.** é ativado o cálculo da estatística de uma determinação múltipla, assim como definido quantas determinações a série contém.

Estatíst.

Quando esta função estiver ativada, são realizados cálculos da estatística para todos os resultados definidos.

Seleção	on off
Valor padrão	off

Número de determinações

Quantidade de determinações para as quais são realizados cálculos da estatística.

Se você desejar adicionar mais determinações à série de determinação, p.ex., devido a uma determinação ter estado incorreta, poderá fazer isso na síntese de estatística (*ver capítulo 5.11, página 58*).

Faixa de entrada	2...20
Valor padrão	3

7.1.8 Relatórios

Menu ► Parâmetros ► Relatórios

Em **Relatórios** são definidos os relatórios que são automaticamente impressos no final de uma determinação.

Resultados

O relatório de resultados contém os resultados calculados, os pontos finais, os dados da amostra, etc.

Seleção	on off
Valor padrão	off

8 Solução de problemas

8.1 Titulação Karl Fischer

Problema	Causa	Como remediar
O desvio é bastante elevado durante o condicionamento.	<i>A célula de titulação tem fugas.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verificar o septo e, eventualmente, substituir o mesmo. ▪ Substituir a peneira molecular. ▪ Verificar as braçadeiras de retificação quanto a arestas chanfradas. Se necessário, cortar as arestas com cuidado à medida ou substituir as braçadeiras de retificação.
	<i>Existem depósitos com teor de água na célula de titulação.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agitar a célula de titulação.
	<i>O reagente está esgotado ou apresenta sujeira.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Substituir o reagente.
	<i>O católito está usado ou apresenta umidade.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Substituir o católito, pelo menos, uma vez por semana. ▪ Secar o católito com um reagente de um único componente KF.
	<i>O diafragma do eletrodo gerador está sujo.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Limpar o diafragma (de acordo com as instruções da ficha informativa do eletrodo gerador).
	<i>Existe uma reação secundária.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eventualmente, utilizar um forno KF. ▪ Ver literatura especializada.
	<i>A peneira molecular no forno KF está esgotada.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Substituir a peneira molecular.
O desvio fica maior após cada titulação.	<i>O fluxo de gás do forno KF da célula de titulação é demasiado elevado.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Reduzir o fluxo de gás (quando você estiver trabalhando com o método do forno com frascos de amostra, configure o fluxo de gás de 40 até 60 mL/min).
	<i>A amostra expulsa a água de um modo bastante lento.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eventualmente, utilizar um forno KF. ▪ Ver literatura especializada.

Problema	Causa	Como remediar
O desvio é variável.	<i>A solução da amostra foi mal agitada.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar a velocidade de agitação de modo que a solução da amostra seja muito bem misturada.
	<i>Os Parâmetros de controle estão incorretamente configurados.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Redefinir os Parâmetros de controle para os valores padrão.
O tempo da titulação é demorado demais.	<i>O desvio durante o condicionamento não é estável.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Com o início da titulação, aguardar até o desvio ficar estável.
	<i>O parâmetro Desvio inicial está configurado de modo elevado demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o Desvio inicial de modo mais baixo. Adaptar o Desvio de parada ou utilizar o Desvio parada relat.
	<i>O parâmetro Desvio de parada está configurado de modo baixo demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o Desvio de parada de modo mais elevado ou utilizar o Desvio parada relat.
	<i>A quantidade de água é elevada demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Observar as quantidades de amostra e os teores de água conforme a <i>tabela "Quantidade de amostra recomendada", página 32.</i>
	<i>Os Parâmetros de controle estão incorretamente configurados.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o parâmetro Dinâmica de modo mais baixo e configurar o parâmetro Taxa máxima de modo mais elevado.
O resultado é baixo demais.	<i>A amostra libera iodo.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Eventualmente, utilizar um forno KF. Ver literatura especializada.
	<i>O parâmetro Desvio de parada está configurado de modo elevado demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o Desvio de parada de modo mais baixo.
	<i>A correção do desvio é grande demais (p.ex. em caso de um desvio inicial elevado demais, em caso de um desvio variável ou em caso de uma correção manual do desvio).</i>	<ul style="list-style-type: none"> Garantir um desvio estável e mais baixo. Configurar o parâmetro Correção do desvio para auto (= correção automática do desvio).
	<i>O parâmetro Taxa mínima está configurado de modo baixo demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o parâmetro Taxa mínima de modo mais elevado.

Problema	Causa	Como remediar
		<ul style="list-style-type: none"> Redefinir os Parâmetros de controle para os valores padrão.
O resultado é elevado demais.	<i>A célula de titulação ainda não está corretamente condicionada.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Agitar a célula de titulação e aguardar até o desvio ficar estável.
	<i>A amostra contém substâncias oxidáveis.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Eventualmente, utilizar um forno KF. Ver literatura especializada.
	<i>O parâmetro Desvio de parada está configurado de modo baixo demais.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Configurar o Desvio de parada de modo mais elevado ou utilizar o Desvio parada relat.
	<i>A correção do desvio é pequena demais (p.ex. durante a utilização de um forno KF ou na correção manual do desvio).</i>	<ul style="list-style-type: none"> Iniciar a titulação enquanto existir fluxo de gás entre o intervalo de condicionamento e a célula de titulação. Configurar o parâmetro Correção do desvio para auto (= correção automática do desvio).
Os resultados desviam significativamente.	<i>A amostra é heterogênea.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Se possível, homogeneizar a amostra. Eventualmente, utilizar uma maior quantidade de amostra.
	<i>A adição de amostra é mal reproduzível.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Observar as notas no capítulo 4.3, página 32.
	<i>O desvio varia.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Garantir um desvio estável.

8.2 Diversos

Problema	Causa	Como remediar
Não é impresso um relatório.	<i>A impressora não é reconhecida pelo aparelho.</i>	<ul style="list-style-type: none"> Desligar o 899 Coulometer e voltar a ligá-lo. Utilizar um hub USB e conectar a impressora ao hub USB.
	<i>O modelo de impressora é inadequado.</i>	Utilizar uma impressora que corresponda às especificações exigidas (ver capítulo 9.3.4, página 96).



Problema	Causa	Como remediar
O teclado USB ou o mouse do computador conectados não estão funcionando.	<i>O teclado ou o mouse não são reconhecidos pelo aparelho.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Desligar o 899 Coulometer e voltar a ligá-lo. ▪ Utilizar um hub USB e conectar o teclado ou o mouse ao hub USB.
	<i>O teclado ou o mouse são inadequados.</i>	Utilizar um modelo que corresponda às especificações exigidas (<i>ver capítulo 9.3, página 94</i>).
A tela não é mais legível.	<i>O contraste está incorretamente configurado.</i>	Configurar corretamente o contraste (<i>ver capítulo 6.1, página 63</i>).
As balanças XP da Mettler enviam "R" ou "O ----" como ID 1.	<i>A calibragem automática da balança está ativada.</i>	Desativar a calibragem automática.
É exibida a mensagem 020-511 "Processo não possível".	<i>O pen drive USB não está mais conectado.</i>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Conectar o pen drive USB. 2. Desligar e voltar a ligar o aparelho.
	<i>O pen drive USB está cheio.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utilizar um outro pen drive USB. ▪ Excluir os arquivos com a ajuda de um computador.

9 Anexo

9.1 Velocidade de agitação

A velocidade de agitação pode ser ajustada em níveis de -15 a +15.

A rotação aproximada para o agitador magnético interno (dependente da variante do produto) pode ser calculada com a seguinte fórmula:

$$\text{Rotação/min (rpm)} = 125 \cdot \text{velocidade de agitação}$$

Exemplo:

Velocidade de agitação definida: 8

Rotação em rpm = $125 \cdot 8 = 1000$

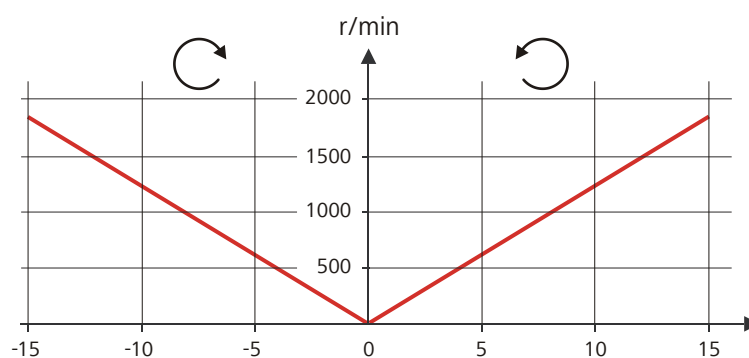


Figura 25 Rotação dependendo da velocidade de agitação

Você pode consultar as informações referentes ao agitador mecânico 802 separadamente no manual "802 Stirrer".

9.2 Balança

A partir de uma balança conectada é possível enviar a quantidade de amostra e a respectiva unidade. A quantidade de amostra é transferida como número com até dez caracteres (incl. caracteres precedentes e vírgula de separação da casa decimal).

A quantidade de amostra e a unidade são enviadas como cadeia individual de caracteres. São separadas por um espaço. A cadeia de caracteres é finalizada com os caracteres ASCII **CR** e **LF**.

Quando a balança envia uma quantidade de amostra negativa (p.ex. quando você pesa novamente a amostra) é aceito o caractere precedente. Porém, para os cálculos é ignorado o caractere precedente.

Tabela 4 Ocupação das teclas

Tecla do 899 Coulometer ou função no diálogo de edição	Tecla no teclado numérico USB
[BACK]	[Home]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[Enter]
[+-]	[BS] (tecla Backspace)
Excluir	[Del]
Aceitar	[Home]

9.3.2 Ocupação das teclas de um teclado USB

Para facilitar a entrada de texto e a entrada de números, é possível conectar um teclado USB normal.

Para a entrada de texto e a entrada de números é preciso estar aberto o respectivo diálogo de edição.

Tabela 5 Ocupação das teclas

Tecla do 899 Coulometer ou função no diálogo de edição	Tecla no teclado USB
[BACK]	[Esc]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[↵] (Tecla Enter) <i>ou</i> [Enter] no bloco numérico
[STOP]	[Ctrl] + [S]
[START]	[Ctrl] + [G]
[+-]	[←] (Tecla Backspace)
Excluir	[Delete]
Cancelar	[Ctrl] + [Q]
Aceitar	[Esc]

**NOTA**

A inscrição do teclado USB pode desviar da inscrição supracitada em função do teclado específico do país.

9.3.3 Mouse do computador

Para facilitar a navegação no diálogo do 899 Coulometer é possível ligar um mouse do computador.

Tabela 6 Funções do mouse

Botão do 899 Coulometer	Função do mouse
[OK]	Botão esquerdo do mouse
[BACK]	Botão direito do mouse
[↑] [↓] [←] [→]	Movimento do mouse vertical/horizontal
[↑] [↓]	Roda de rolagem vertical

9.3.4 Impressora

A oferta de impressoras USB é muito diversificada e se altera rapidamente. Na seleção de uma impressora têm de ser considerados os seguintes pontos:

- Interface USB necessária
- Idioma da impressora: HP-PCL, Canon BJI Commands, Epson ESC P/2 ou ESC/POS

**NOTA**

Sobretudo, as impressoras econômicas se destinam com frequência somente ao funcionamento com um computador e não dispõem de um dos idiomas de impressão supracitados. Por isso, estes modelos não são adequados.

9.4 Parâmetros de controle e corrente de polarização

Os parâmetros de regulação padrão estão otimamente configurados para a maioria das determinações e não devem ser alterados. Quando você tiver de alterar os parâmetros de controle para reagentes especiais e/ou amostras, por favor, considere que os seguintes parâmetros estão dependentes uns dos outros:

- A corrente de polarização do eletrodo indicador (ver parâmetro "*I(pol)*", página 81)
- O ponto final (ver parâmetro "*EP em*", página 77)
- A área de regulação (ver parâmetro "*Dinâmica*", página 78)

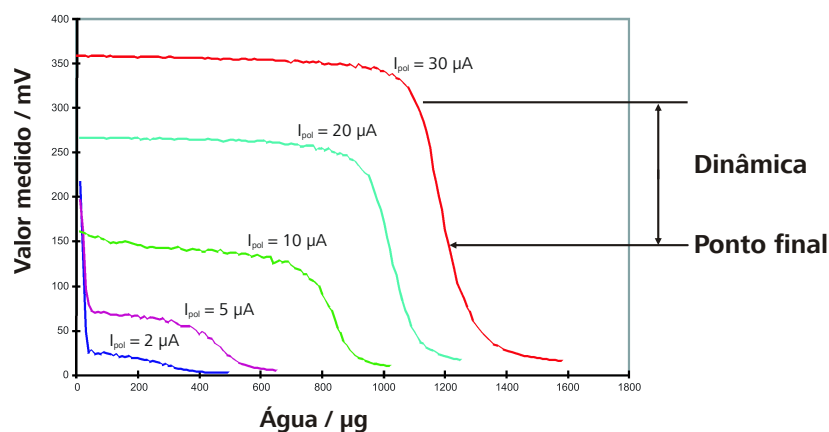


Figura 26 Parâmetros de controle e corrente de polarização

O diagrama mostra as curvas de titulação Karl Fischer nas diferentes correntes de polarização (reagente Coulomat AD). É claro que a posição do ponto final se altera com a corrente de polarização. As curvas possuem uma ingremidade diferente, ou seja, a dinâmica também têm que ser adaptada. As correntes de polarização $< 10 \mu\text{A}$ não são adequadas para esta aplicação. Por meio da seguinte tabela, você obtém uma ideia sobre os parâmetros de controle ideais nas diferentes correntes de polarização.

Tabela 7 Parâmetros de controle ótimos nas diferentes correntes de polarização

I(pol) (corrente de polarização)	10 μA	20 μA	30 μA
EP em	50 mV	100 mV	150 mV
Dinâmica	70 mV	100 mV	120 mV
Taxa máxima	Valor padrão	Valor padrão	Valor padrão

I(pol) (corrente de polarização)	10 μ A	20 μ A	30 μ A
Taxa mínima	Valor padrão	Valor padrão	Valor padrão
Desvio de parada	Valor padrão	Valor padrão	Valor padrão

O eletrodo indicador é ativado no mesmo reagente após uma determinada duração de utilização, ou seja, a curva da titulação se torna mais íngreme. Quando a curva da titulação é íngreme demais, podem ocorrer valores de desvio com variação lenta durante o condicionamento. Você soluciona este problema, configurando o ponto final de modo mais baixo. Porém, os pontos finais configurados de modo baixo podem prolongar a titulação. Isto pode influenciar desfavoravelmente o erro de medição.

9.5 Exemplos de métodos para o trabalho com o forno Karl Fischer

Na seguinte tabela, você encontra as configurações dos parâmetros recomendadas para o trabalho com um forno Karl Fischer. Os métodos podem ser utilizados com um trocador de amostras com módulo do forno (p.ex. *885 Compact Oven SC*), assim como com um forno Karl Fischer (p. ex. *860 KF Thermoprep*). A tabela contém somente as configurações dos parâmetros divergentes dos valores padrão.

Parâmetros	Determinação do valor branco (modelo de métodos Blank)	Determinação do teor da água (modelo de métodos KFC-Blank)
>Condicionamento		
Desvio inicial	10 μ g/min *)	10 μ g/min *)
Tempo estabilização	30 s	30 s
>Condições iniciais		
Solicitar qtde. amostra	off	off
Pausa ao solicitar	off	off
>Parâmetros titulação		
Tempo de extração	180 s	180 s

Parâmetros	Determinação do valor branco (modelo de métodos Blank)	Determinação do teor da água (modelo de métodos KFC-Blank)
Velocidade de agitação	12	12
>Estatíst.		
Estatíst.	on	–
Número de determinações	3	–
>Relatórios		
Resultados	on	on
Cálculos/Estatísticas	on	–

*) Se você estiver em um ambiente com elevada umidade do ar, recomendamos configurar o parâmetro **Desvio inicial** em 20 µg/min.

9.6 Inicialização do sistema

Em casos muito raros, é possível que um sistema de arquivos com erros (p.ex. devido a uma falha do programa) provoque uma limitação da função do programa. Neste caso, é preciso inicializar o sistema de arquivos interno.



CUIDADO

Se você realizar uma inicialização do sistema, são excluídos todos os dados do usuário (métodos, etc.). Depois, o equipamento volta a possuir configurações de fábrica.

Recomendamos efetuar uma cópia de segurança (backup) do sistema em períodos regulares para prevenir perdas de dados.

Após uma inicialização do sistema não é necessário voltar a abrir as versões do programa e os arquivos de idiomas. Somente a seleção do idioma do diálogo tem de voltar a ser realizada nas configurações do sistema.

Para a inicialização do sistema, proceda da seguinte forma:

1 Desligar o equipamento

- É preciso manter a tecla vermelha **[STOP]** pressionada durante no mínimo 3 s.

Uma barra de progresso é exibida. Se a tecla for solta durante este tempo, o equipamento não é desligado.

2 Ligar o equipamento

- É preciso manter a tecla vermelha **[STOP]** pressionada durante aprox. 10 s.

O diálogo para a confirmação da inicialização é exibido durante 8 s. Durante este tempo é preciso confirmar a inicialização.

```
System reset request detected.  
>> Press [BACK] key twice  
to confirm !  
>> Time remaining: 8 sec
```

3 Confirmar a inicialização



NOTA

Quando a consulta não é confirmada dentro de 8 s, é cancelado o processo.

- Pressionar duas vezes **[BACK]**.

A inicialização é iniciada. Este processo tem uma duração aproximada de 80 s. Após uma inicialização correta, o equipamento é iniciado automaticamente.

9.7 Interface Remote

9.7.1 Ocupação do(s) pino(s) da interface Remote

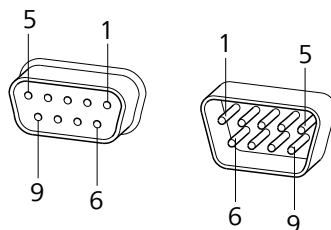


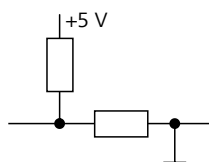
Figura 27 Ocupação do(s) pino(s) da tomada Remote e do plugue Remote

A representação supracitada da ocupação do(s) pino(s) é válida para todos os equipamentos Metrohm com plug remote D-Sub de 9 pinos.

Tabela 8 Entradas e saídas da interface Remote

N.º do pino	Ocupação	Função
1	Output 0	Ready/EOD
2	Output 1	-
3	Output 2	Titulação
4	Output 3	Cond OK
5	Output 4	Error
6	0 Volt (GND)	
7	+5 Volt	
8	Input 0	Início
9	Input 1	Parar

Inputs

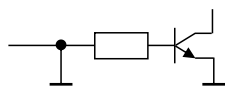


aprox. 5 k Ω Pull-up

$t_p > 100$ ms

ativo = low, inativo = high

Outputs



Open Collector

$t_p > 200 \text{ ms}$

ativo = low, inativo = high

$I_C = 20 \text{ mA}$, $V_{CE0} = 40 \text{ V}$

+5 V: carga máxima = 20 mA

9.7.2 Diagrama do status da interface Remote

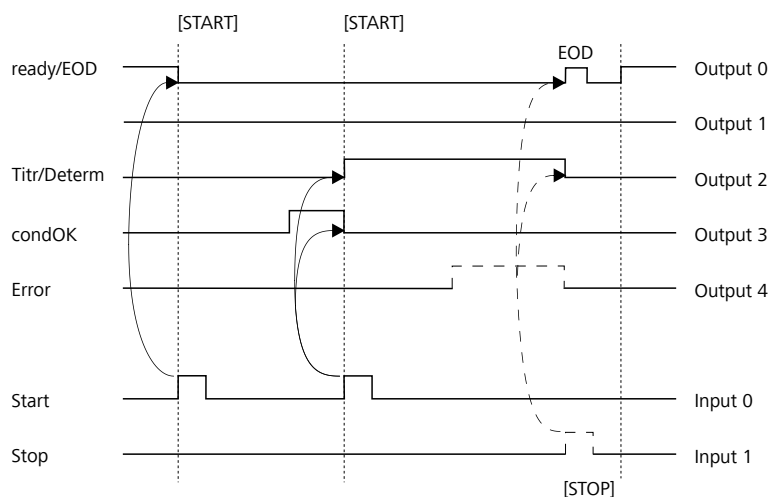


Figura 28 Diagrama do status remoto

EOD = End of Determination

9.8 Controlo remoto por meio de uma conexão a uma interface RS-232

O 899 Coulometer pode ser controlado de modo remoto por meio de uma interface RS-232. Para tal, é necessária uma interface **RS-232/USB Box 6.2148.030**. Conecte a interface RS-232/USB Box à interface USB do equipamento.

A interface RS-232/USB Box possui dois plugs para os equipamentos RS-232. O controlo remoto RS-232 funciona somente por meio do plug **RS-232/2**. O plug RS-232/1 está previsto para a ligação de uma balança. Ligue o plug **RS-232/2** da interface RS-232/USB Box com uma interface de série (interface COM identificada com o símbolo **IOIOI**) de um computador. Para isso, utilizar um **cabo de conexão 6.2134.040**.

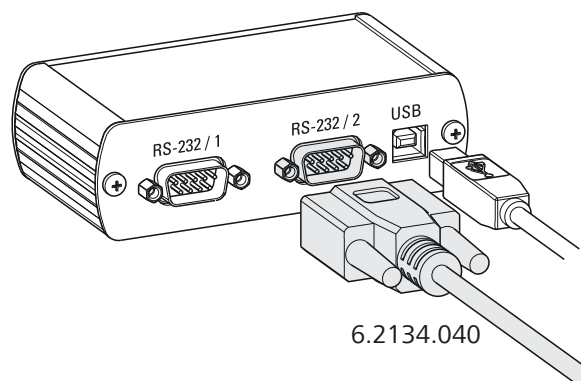


Figura 29 Conectar a interface RS-232/USB Box ao computador

Parâmetros de interfaces

Recomendamos os seguintes parâmetros para a interface RS-232 **COM2**:

- Baud rate: **19200**
- Data bits: **8**
- Stop bits: **1**
- Paridade: **nenhuma**
- Handshake: **software**

No 899 Coulometer você configura os parâmetros das interfaces em **Menu ► Sistema ► Dispositivos externos ► Configurações COM2**.

Protocolo de transferência

A comunicação de dados é síncrona. Após cada comando segue uma resposta do equipamento.

Um comando tem de ser enviado com os sinais de comando **CR LF** como sinais de conclusão para o equipamento. As respostas do equipamento também são transmitidas com **CR LF** como sinais de conclusão.

O equipamento não emite mensagens espontâneas.

9.8.1 Comandos e variáveis

Comando	Função	Comentário
\$G	Start/Continue	Corresponde à tecla [START] ou [Continuar]
\$S	Parar	Corresponde à tecla [STOP]
\$H	Pausa	Parar a sequência do método

9.9 Algoritmos computacionais no 899 Coulometer

Formato de números

O software do 899 Coulometer executa um cálculo em conformidade com a norma amplamente utilizada IEEE 754 (IEEE Standard for Binary Floating-Point Arithmetic for Microprocessor Systems). Isto significa, que são utilizados os números nos cálculos em "double precision" (64 bits). Os números decimais são convertidos internamente pelo computador em números binários e são utilizados neste formato para os cálculos. A apresentação no display e nos relatórios volta a conter números decimais; ou seja, os números binários voltam a ser convertidos em números decimais. Para poder verificar autonomamente os cálculos realizados internamente pelo computador em conformidade com a norma IEEE 754, os números são lançados no relatório de cálculo com total precisão. Entre um número decimal originalmente inserido e a representação interna efetuada pelo computador com total precisão, pode ocorrer uma diferença mínima na posição posterior das casas decimais. Esta diferença se baseia no fato de não existir uma correspondência binária exata para cada casa decimal. Se você, digitar, p.ex., a quantidade de amostra de 50,3 mg, isto será representado no relatório de cálculo em "double precision" com 5,029999999999999E+01.

Processo de arredondamento

Os valores medidos e os resultados são arredondados para a quantidade de casas decimais definida (arredondamento comercial, em conformidade com a Farmacopeia dos Estados Unidos da América USP). Quando o número se encontrar na primeira casa decimal a suprimir **1, 2, 3 ou 4**, se arredonda para baixo, quando este mesmo número é **5, 6, 7, 8 ou 9**, se arredonda para cima. Os números negativos serão arredondados de acordo com seu valor, ou seja, se afastando de zero.

Exemplos:

de **2,33** fica **2,3**

de **2,35** fica **2,4**

de **2,47** fica **2,5**

de **-2,38** fica **-2,4**

de **-2,45** fica **-2,5**

Estatística

É calculado o valor médio aritmético, bem como os desvios padrão relativo e absoluto dos resultados:

Você poderá avaliar, no máximo, cinco resultados ($1 \leq k \leq 5$) de modo estatístico, que serão calculados em uma determinação. Uma série estatística pode conter, no máximo, 20 determinações ($1 \leq n \leq 20$).

Para as seguintes fórmulas se aplica a convenção que se segue:

$$1 \leq n \leq 20 \text{ e } 1 \leq k \leq 5.$$

Valor médio:

$$\bar{x}_k = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n R_{k,i}$$

Desvio padrão absoluto:

$$S abs_k = + \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_{k,i} - \bar{x}_k)^2}{n-1}}$$

Desvio padrão relativo (em %):

$$S rel_k = 100 \cdot \frac{S abs_k}{\bar{x}_k}$$

Explicações

Na estatística entram os valores individuais com total precisão.

No formato de números de 64 bits, são originadas 15 casas significativas na representação decimal para a vírgula flutuante.

A precisão pode ser comandada pela seleção do prefixo da unidade (mili, micro) e pela quantidade de casas decimais.

Exemplo:

O resultado exibido **1234,56789158763 mg/L** tem 15 casas decimais significativas. O mesmo deve ser arredondado para três casas decimais de acordo com o procedimento de arredondamento supracitado:

- **1234,568 mg/L.**

Se o mesmo resultado for impresso (**1,23456789158763 g/L**) em **g/L** e também for arredondado para três casas decimais, é originado

- **1,235 g/L.**

Ou seja, você obtém as menores perdas de precisão por meio do arredondamento, se você selecionar a aplicação e o formato de números de modo que os números indicados apresentem o máximo possível de casas decimais.

Um re-cálculo completo da estatística por meio da calculadora de bolso ou de programas de cálculo do computador pode apresentar desvios. Isto é fundamentado nos diferentes formatos de números binários utilizados destes computadores.

**NOTA**

As perdas de precisão descritas devido ao arredondamento na área de caracteres significativos têm somente uma relevância teórica. Geralmente, as mesmas são mais baixas em ordens de magnitude do que as incertezas de medição técnica (erros de balança, erros de dosagem, erros de medição).

10 Dados técnicos

10.1 Entradas de medição

Um ciclo de medição é de 100 ms para o modo de medição lpol AC.

10.1.1 Eletrodo indicador

Uma entrada de medição (**ind.**) para um eletrodo indicador.

*Modo de medição
lpol*

Determinação com corrente de polarização selecionável.
Indicação voltamétrica do ponto final com corrente alternada.

*Corrente de
polarização*

típica: 5, 10, 20 e 30 μA

10.1.2 Temperatura

Uma entrada de medição (**temp.**) para um sensor de temperatura do tipo Pt1000.

Faixa de medição

de -150 até $+250$ $^{\circ}\text{C}$

Resolução

0,1 $^{\circ}\text{C}$

Precisão de medição

$\pm 0,2$ $^{\circ}\text{C}$
(Válido para a faixa de medição de -20 até $+150$ $^{\circ}\text{C}$; ± 1 Digit; sem erros do sensor, sob condições de referência.)

10.2 Conexão do gerador

Uma conexão do eletrodo gerador (**ger.**) para um eletrodo gerador.

10.2.1 Eletrodo gerador

Produção de iodo com impulsos de corrente ou corrente contínua.

Corrente no eletrodo

auto: corrente contínua variável
100, 200, 400 mA: corrente contínua pulsada

$I_{\text{máx.}}$

400 mA



10.6 Temperatura ambiente

<i>Área de funções nominal</i>	de +5 até +45 °C (com um máx. de 85% de umidade do ar)
<i>Armazenamento</i>	de -20 até +60 °C
<i>Transporte</i>	de -40 até +60 °C

10.7 Condições de referência

<i>Temperatura ambiente</i>	+25 °C (± 3 °C)
<i>Umidade relativa do ar</i>	≤ 60%
<i>Status aquecido</i>	Equipamento, no mínimo, 30 min. em funcionamento
<i>Validade dos dados</i>	conforme comparação

10.8 Dimensões

<i>Largura</i>	143,5 mm
<i>Altura (sem suporte para recipiente de titulação)</i>	112 mm
<i>Altura (com suporte para recipiente de titulação)</i>	195 mm
<i>Profundidade</i>	281,5 mm
<i>Peso (incl. fonte de alimentação)</i>	2.800 g
<i>Material</i>	
<i>Carcaça</i>	PBT
<i>Material</i>	
<i>Fundo</i>	Aço inoxidável 1.4301

11 Acessórios

Você pode encontrar informações atuais sobre o material entregue e sobre os acessórios opcionais do seu produto na internet. Você pode baixar essas informações com a ajuda do número de artigo da seguinte maneira:

Descarregar lista de acessórios

- 1** Inserir <https://www.metrohm.com/> no browser da internet.
- 2** Indicar o número de artigo no campo de pesquisa (por ex. **899**).
O resultado da pesquisa é exibido.
- 3** Clicar no produto.
São exibidas informações detalhadas sobre o produto nas diversas guias.
- 4** Na guia **Peças**, clicar em **Download do PDF**.
O arquivo PDF com os dados dos acessórios é criado.



NOTA

Quando receber o seu novo produto, recomendamos que baixe a lista de acessórios da internet, imprima e guarde junto ao manual para servir de referência.

M			
Método		Ponto final	
Excluir	67	Dependência	97
Exportar	43	Q	
Importar	67	Quantidade de amostra	
Salvar	42	Enviar a partir da balança ...	93
Modelo de métodos		Enviar da balança	50
Abrir	41	Tamanho	32
Modificações online	54	R	
Módulo de forno	14	Recalcular	58
MSB		Relatório	
Conexão	7	Imprimir manualmente	60
N		Selecionar	87
Navegar	38	Relatório de resultados	
Nome do usuário	63	Definir	87
Notas de segurança	3	Relatório PC/LIMS	69
O		Remote	
Ocupação do(s) pino(s)	101	Conexão	7
Operação		Diagrama do status	102
Geral	37	Interface	101
P		Ocupação do(s) pino(s)	101
Padrão de água		Resultado	57
Certificado	30	Processo de arredondamento	
Parâmetros		105
Alterar online	56	Recalcular	58
Cálculo	83	Salvar como variável comum	
Condição de parada	82	66
Condicionar	74	RS-232	
Condições iniciais	76	Parâmetros das interfaces ...	71
Dependência	97	S	
KFC	74	Sensor	
Titulação	80	Conectar	17
Parâmetros de controle	77	Sensor de temperatura	
Parâmetros de titulação	80	Conectar	17
Parâmetros online	56	Serviço	3
Parte frontal do equipamento	6	Solução de problemas	89
Parte traseira do equipamento	7	T	
Pendrive USB		Tabela de amostras	47
Estrutura de diretórios	68	Abrir	48
Peneira molecular		Alterar online	55
Substituir	10	Inserir linha	49
		Salvar	48
		Teclado	
		Conectar	24
		Ocupação das teclas	94, 95
		Tempo de preparo	
		Eletrodo gerador com dia-	
		fragma	34
		Eletrodo gerador sem dia-	
		fragma	34
		Tensão de rede	4
		Tipo de balança	70
		Tipo de diálogo	64
		Titulação Karl Fischer	
		Solução de problemas	89
		Troca do reagente	35
		Trocador de amostras	
		Com módulo de forno	14
		Conectar	27
		Tubo de adição e aspiração	
		Montar	13
		Tubo de adsorção	
		Encher	9
		U	
		USB	94
		Impressora	96
		Mouse do computador	96
		Teclado do computador	95
		Teclado numérico	94
		USB (OTG)	
		Conexão	7
		V	
		Variável comum	66
		Definir como incorreta	66
		Editar	66
		Excluir	66
		Velocidade de agitação	93
		Versão do programa	
		Atualizar	72