

# HI934

## Titulador Coulométrico

### Karl Fischer



**Estimado  
Cliente**

Obrigado por escolher um produto Hanna Instruments.

Por favor leia este Manual de Instruções cuidadosamente, antes de utilizar o instrumento. Este manual fornece-lhe toda a informação necessária para que possa utilizar o instrumento corretamente, assim como uma ideia precisa da sua versatilidade.

Se necessitar de mais informações técnicas não hesite em nos contatar para [assistencia@hanna.pt](mailto:assistencia@hanna.pt) ou visite a nossa página [www.hanna.pt](http://www.hanna.pt)



# INTRODUÇÃO

O **HI934** é um titulador Karl Fischer automático com alta precisão, grande flexibilidade e reprodutibilidade. O titulador foi concebido para efetuar titulações para uma variedade de tipos de amostra/ matrizes, permitindo ao utilizador resultados com grande precisão e rapidez nas análises.

Os principais atributos do titulador **HI934** são:

- Compacto, requer espaço mínimo na bancada
- Estrutura de plástico robusto, com resistência química
- Poderosos algoritmos integrados para critérios de terminação baseados em ponto de extremidade de mV fixo ou desvio absoluto/relativo
- Análise de amostra recorrendo ao cálculo da Média
- Mínima entrada de vapor de água com o Sistema de Solvente Isolado
- Interface para balança para pesagem automática
- Suporte para 100 métodos de titulação
- Relatórios personalizáveis pelo utilizador
- Mensagens de erro e de aviso apresentadas com clareza

Este manual fornece informações relativas à instalação e funcionalidades do titulador e sugestões de utilização. Antes de utilizar o titulador, recomenda-se que se familiarize com as suas várias funções e modo de funcionamento.

Este manual está dividido em quatro partes.

## PARTE 1: GUIA DE UTILIZAÇÃO

Ajuda o utilizador a configurar e operar rapidamente o Titulador Coulométrico Karl Fischer

**HI934.** Abrange conexões básicas, interface do utilizador e como executar uma titulação.

## PARTE 2: MANUAL DE INSTRUÇÕES

Fornecer uma descrição abrangente dos princípios operacionais, interface do utilizador, opções gerais, métodos, modo de titulação, otimização e manutenção.

## PARTE 3: APLICAÇÕES

Contém instruções completas para análises usualmente utilizadas. Encontram-se disponíveis métodos e pacotes de métodos adicionais, por favor entre em contato com o departamento de Apoio ao Cliente para obter mais detalhes.

## PARTE 4: TEORIA DA TITULAÇÃO

Descreve os princípios de operação do titulador. Abrange a química das titulações, tipos de titulação e cálculos de resultados.



## ÍNDICE

### PARTE 1: GUIA DE UTILIZAÇÃO

1. MEDIDAS DE SEGURANÇA.....	1-2
2. LIGAÇÕES DO TITULADOR .....	1-3
2.1. VISTA FRONTAL.....	1-3
2.2. VISTA TRASEIRA.....	1-3
3. INTERFACE COM O UTILIZADOR .....	1-4
3.1. TECLADO.....	1-4
3.2. MOSTRADOR.....	1-4
4. IDIOMA.....	1-5
5. AJUDA CONTEXTUAL.....	1-5
6. MÉTODOS .....	1-5
6.1. MÉTODOS PADRÃO.....	1-5
6.2. MÉTODOS DEFINIDOS PELO UTILIZADOR .....	1-5
7. PREPARAÇÃO .....	1-6
7.1. SETTING UP THE TITRATOR.....	1-6
7.2. OBTAINING THE REAGENTS .....	1-6
8. A PRIMEIRA TITULAÇÃO .....	1-6
8.1. SELEÇÃO DO MÉTODO.....	1-6
8.2. CONFIGURAÇÃO DO RELATÓRIO DE TITULAÇÃO .....	1-6
8.3. ADICIONAR O REAGENTE NO COPO DE TITULAÇÃO.....	1-6
8.4. PREPARAR O REAGENTE PARA AS AMOSTRAS.....	1-6
8.5. PREPARAR A AMOSTRA .....	1-7
8.6. EFETUAR UMA TITULAÇÃO.....	1-7
8.7. ECRÃ DE TITULAÇÃO .....	1-8
8.8. GRÁFICO DE TITULAÇÃO .....	1-8
8.9. FINALIZAÇÃO DA TITULAÇÃO .....	1-8
8.10. RESULTADOS .....	1-9
8.11. VISUALIZAR OS DADOS DA ÚLTIMA TITULAÇÃO .....	1-9
8.12. IMPRIMIR O RELATÓRIO DE TITULAÇÃO.....	1-9
8.13. GUARDAR OS DADOS PARA UMA PEN USB .....	1-10
8.14. RELATÓRIO DE TITULAÇÃO .....	1-11

### PARTE 2: MANUAL DE INSTRUÇÕES

1. DEFINIÇÕES .....	2-2
1.1. DESEMBALAMENTO .....	2-2
1.2. MEDIDAS DE SEGURANÇA .....	2-3
1.3. ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS .....	2-4
1.4. INSTALAÇÃO .....	2-6
2. INTERFACE COM O UTILIZADOR .....	2-12
2.1. ARRANQUE.....	2-12
2.2. TECLADO.....	2-12
2.3. MOSTRADOR.....	2-14
2.4. MENU DE NAVEGAÇÃO.....	2-15
3. OPÇÕES GERAIS.....	2-17
3.1. GUARDAR DADOS PARA UMA PEN USB .....	2-17
3.2. RESTAURAR FICHEIROS A PARTIR DE UMA PEN USB .....	2-18
3.3. MODO STANDBY.....	2-19
3.4. DURAÇÃO STANDBY.....	2-19
3.5. LEMBRETE DA TROCA DE REAGENTE.....	2-20



3.6.	LIGAÇÃO USB COM O PC .....	2-22
3.7.	CONFIGURAR O INTERFACE PARA BALANÇA .....	2-22
3.8.	AGITADOR .....	2-23
3.9.	MODO DE IMPRESSORA .....	2-24
3.10.	AJUSTE DA DATA E HORA .....	2-24
3.11.	DEFINIÇÕES DO ECRÃ .....	2-25
3.12.	SINAL SONORO .....	2-26
3.13.	IDIOMA .....	2-26
3.14.	VERIFICAÇÃO DA CALIBRAÇÃO .....	2-27
3.15.	REDEFINIR AS CONFIGURAÇÕES PADRÃO .....	2-28
3.16.	OTIMIZAÇÃO DO ESPAÇO DE MEMÓRIA .....	2-28
3.17.	ATUALIZAÇÃO DO SOFTWARE .....	2-29
4.	MÉTODOS DE TITULAÇÃO .....	2-30
4.1.	SELEÇÃO DO MÉTODO .....	2-30
4.2.	MÉTODOS PADRÃO .....	2-30
4.3.	MÉTODOS DO UTILIZADOR .....	2-32
4.4.	VER/ MODIFICAR MÉTODO .....	2-33
4.5.	OPÇÕES DO MÉTODO .....	2-34
4.6.	IMPRIMIR .....	2-50
5.	MODO DE TITULAÇÃO .....	2-51
5.1.	MODO EM ESPERA .....	2-51
5.2.	PRÉ-TITULAÇÃO .....	2-52
5.3.	ANÁLISE DE DERIVA (ENTRADA AUTOMÁTICA DE DERIVA APENAS) .....	2-52
5.4.	STANDBY .....	2-53
5.5.	ANÁLISE DA AMOSTRA .....	2-54
6.	FUNÇÕES AUXILIARES .....	2-59
6.1.	BOMBA DE AR .....	2-59
6.2.	AGITADOR .....	2-60
6.3.	RESULTADOS .....	2-60
7.	MANUTENÇÃO E PERIFÉRICOS .....	2-64
7.1.	MANUTENÇÃO DO ELÉTRODO GERADOR .....	2-64
7.2.	MANUTENÇÃO DO DETETOR DE ELÉTRODO .....	2-64
7.3.	MANUTENÇÃO DO SUPORTE ADAPTADOR DE REAGENTE .....	2-65
7.4.	MANUTENÇÃO DO ADAPTADOR DA TROCA DE REAGENTE .....	2-65
7.5.	PERIFÉRICOS .....	2-65
8.	OTIMIZAÇÃO DE MÉTODOS .....	2-68
8.1.	DEFINIÇÕES DA TITULAÇÃO .....	2-68
8.2.	AMOSTRA .....	2-71
8.3.	SISTEMA DE REAGENTES KARL FISCHER .....	2-74
9.	ACESSÓRIOS .....	2-75
9.1.	ANÓLITO PARA CÉLULAS COM E SEM DIAFRAGMA .....	2-75
9.2.	ANÓLITO PARA CÉLULAS COM DIAFRAGMA .....	2-75
9.3.	ANÓLITO PARA CÉLULAS SEM DIAFRAGMA .....	2-75
9.4.	CATÓLITO PARA CÉLULAS COM DIAFRAGMA .....	2-75
9.5.	PADRÕES DE ÁGUA .....	2-75
9.6.	COMPONENTES DO TITULADOR .....	2-76

### PARTE 3: APLICAÇÕES

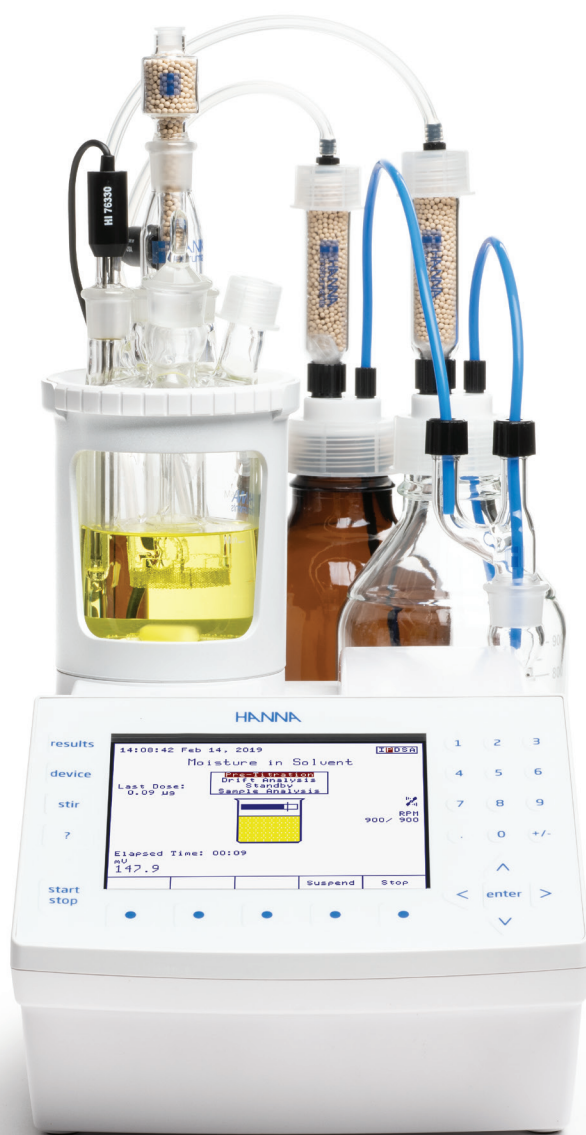
HI9001	EN VALIDAÇÃO DO TITULADOR COM PADRÃO DE ÁGUA 1.0 mg/g .....	3-2
HI9301	EN DETERMINAÇÃO DA HUMIDADE NO SOLVENTE .....	3-4
HI9901	EN ÍNDICE DE BROMO DE HIDROCARBONETOS AROMÁTICOS .....	3-6



## PART 4: TEORIA DA TITULAÇÃO

1. TEORIA DA TITULAÇÃO.....	4-2
1.1. INTRODUÇÃO ÀS TITULAÇÕES.....	4-2
1.2. USO DAS TITULAÇÕES.....	4-2
1.3. VANTAGENS E DESVANTAGENS DA TITULAÇÃO.....	4-2
2. TIPOS DE TITULAÇÕES.....	4-3
2.1. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O MÉTODO DE MEDIÇÃO.....	4-3
2.2. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O TIPO DE REAÇÃO.....	4-4
2.3. TITULAÇÕES DE ACORDO COM A SEQUÊNCIA DE TITULAÇÃO.....	4-11
3. PROCEDIMENTO DA TITULAÇÃO.....	4-12
3.1. TITULAÇÃO MANUAL.....	4-12
3.2. TITULAÇÃO AUTOMÁTICA.....	4-13
4. RESULTADOS DA TITULAÇÃO.....	4-14
4.1. PRECISÃO.....	4-14
4.2. REPETIBILIDADE.....	4-14
4.3. FONTES DE ERRO.....	4-14
5. CÁLCULOS.....	4-16
5.1. EQUAÇÕES USADAS NAS TITULAÇÕES VOLUMÉTRICAS KARL FISCHER.....	4-16
5.2. EQUAÇÕES USADAS NAS TITULAÇÕES.....	4-18
6. GLOSSÁRIO.....	4-21

# PARTE 1: GUIA DE UTILIZAÇÃO



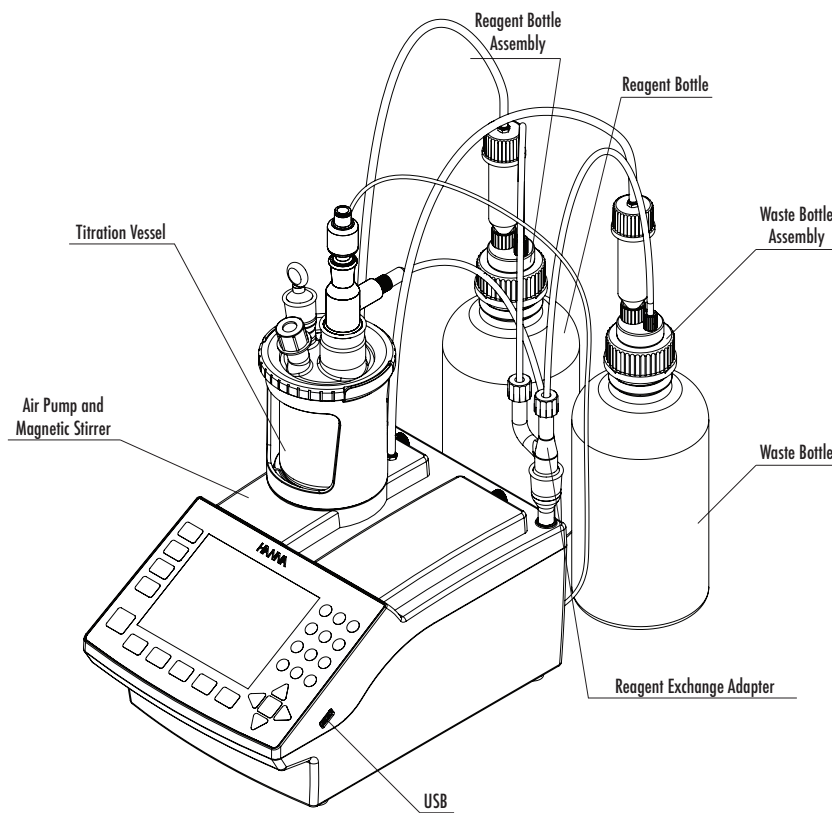
## 1. MEDIDAS DE SEGURANÇA

Devem ser seguidas as seguintes medidas de segurança:

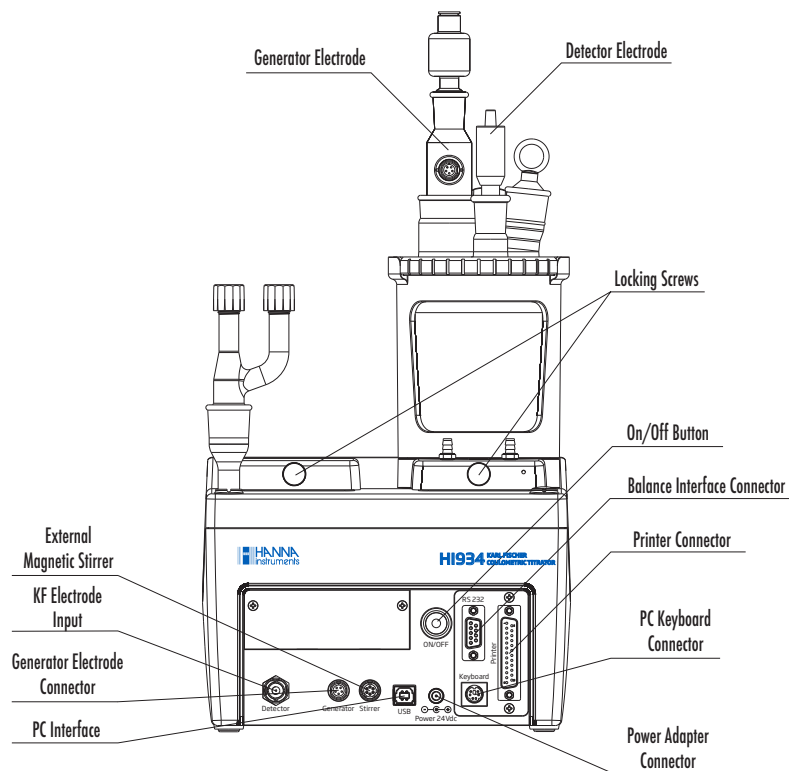
- 1) Nunca conecte ou desconecte o conjunto da bomba de ar e o agitador magnético ou outro periférico com o titulador ligado.
- 2) Verifique se o reagente e o tubo conectado estão montados corretamente.
- 3) Assegure-se sempre que reagente, frascos de resíduos e o copo de titulação estão devidamente montados.
- 4) Limpe sempre imediatamente derrames e salpicos.
- 5) Evite as seguintes condições ambientais de trabalho:
  - Vibrações intensas
  - Luz solar direta
  - Humidade relativa atmosférica acima de 80%, sem condensação
  - Temperaturas ambiente abaixo de 10°C e acima de 40°C.
  - Riscos de explosão
  - Proximidade de fontes de aquecimento ou refrigeração
- 6) A manutenção do titulador deve ser realizada apenas por pessoal qualificado.
- 7) Evite a inalação de vapores reagentes. Evite o contato com produtos químicos.

## 2. LIGAÇÕES DO TITULADOR

### 2.1. VISTA FRONTAL



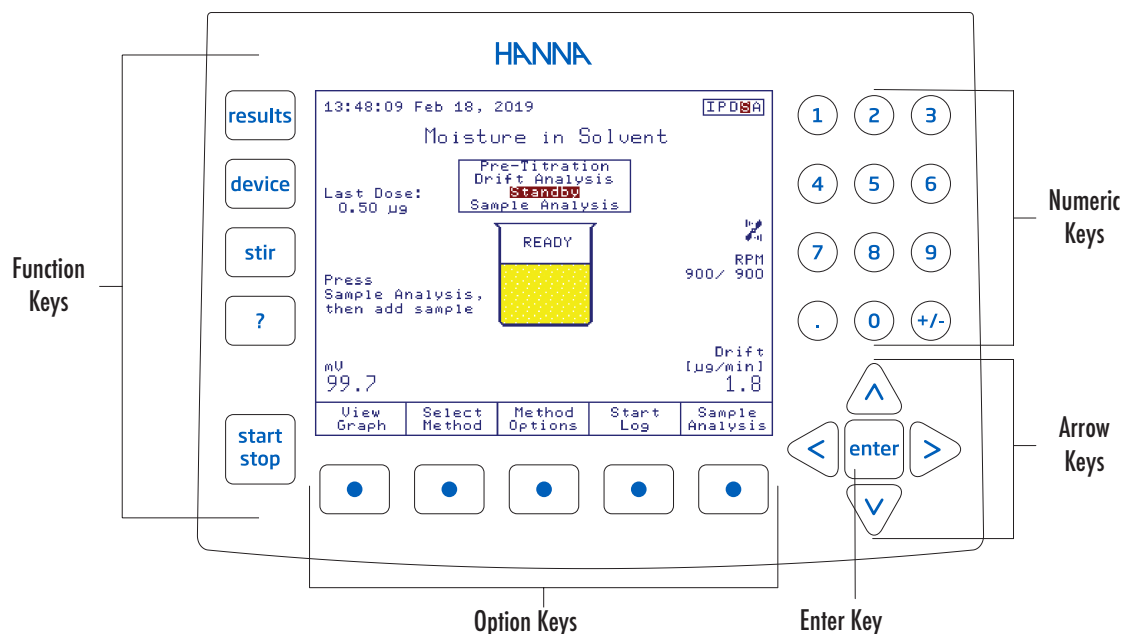
### 2.2. VISTA TRASEIRA



### 3. INTERFACE COM O UTILIZADOR

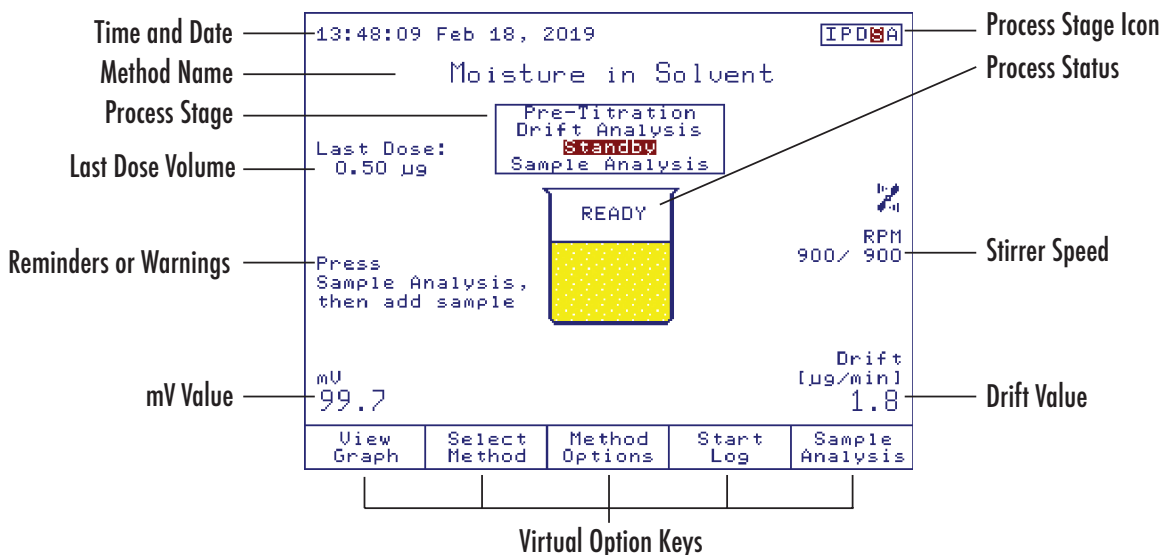
#### 3.1. TECLADO

O ecrã do titulador possui 27 teclas agrupadas em cinco categorias.



#### 3.2. MOSTRADOR

O titulador tem um visor gráfico retro iluminado a cores de 5.7". O ecrã **Standby** é indicado em baixo com uma descrição resumida.

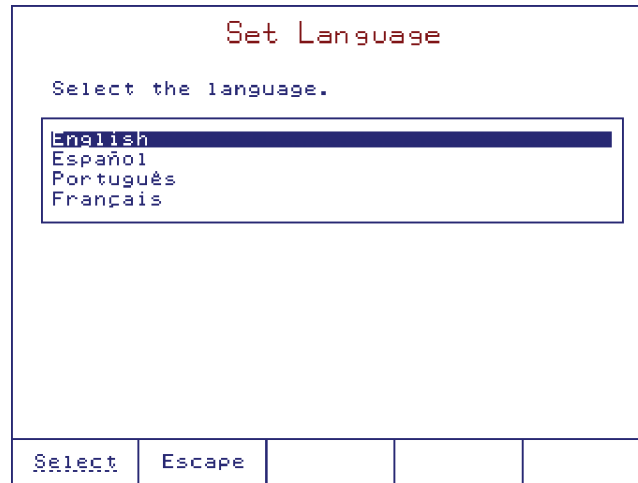


O interface do utilizador contém vários ecrãs. Em cada ecrã, apresentam-se vários campos de informação em simultâneo. A informação é indicada de um modo fácil de ler.

As teclas virtuais de opção descrevem a função efetuada quando a tecla de opção correspondente é premida.

## 4. IDIOMA

Para alterar o idioma, prima **General Options** no ecrã principal. Selecione a opção Idioma. Usando as teclas  $\triangle$  e  $\nabla$ , selecione o idioma a partir das opções listadas no ecrã **Definição do Idioma** e prima **Select**. Reinicie o titulador de modo a aplicar a nova definição de idioma.



## 5. AJUDA CONTEXTUAL

A ajuda pode ser acedida a qualquer momento, ao premir a tecla **?** e fornece informações úteis sobre o ecrã atual.

## 6. MÉTODOS

O **HI934** Titulador Karl Fischer pode guardar até 100 métodos (padrão e definidos pelo utilizador).

### 6.1. MÉTODOS PADRÃO

Cada titulador é fornecido com um pacote personalizado de métodos padrão. Os pacotes de métodos padrão são desenvolvidos nos laboratórios Hanna Instruments de modo a satisfazer as necessidades de análise de indústrias específicas.

### 6.2. MÉTODOS DEFINIDOS PELO UTILIZADOR

Os métodos definidos pelo utilizador permitem ao utilizador criar e guardar os seus próprios métodos. Cada novo método é tipicamente baseado num outro método guardado e alterado para uma aplicação específica.

## 7. PREPARAÇÃO

### 7.1. CONFIGURAÇÃO DO TITULADOR

Verifique se:

- Todos os conjuntos do titulador foram instalados corretamente (consulte a seção **1. SETUP**).
- O recipiente de titulação está devidamente vedado contra a humidade atmosférica (as conexões e os tubos estão montados corretamente).
- O dessecante foi devidamente seco.

### 7.2. OBTER OS REAGENTES

- Os reagentes devem ser adequados aos requisitos de análise (consulte a seção **9. ACCESSORIES** para obter a lista de reagentes preferidos).

## 8. A PRIMEIRA TITULAÇÃO

### 8.1. SELEÇÃO DO MÉTODO

Para esta análise, usaremos o método padrão **HI9301EN Moisture in Solvent**

Para selecionar este método:

- Prima  no ecrã **Em espera**. Use as teclas  e  para selecionar o método HI9301EN Moisture in Solvent.
- Prima .

O nome do método será exibido na linha superior do ecrã **Em espera**.

### 8.2. CONFIGURAÇÃO DO RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Os utilizadores podem selecionar a informação que é guardada para cada titulação.

- No ecrã principal, prima a tecla  e será exibido o ecrã **Parâmetros de Dados**.
- Selecione a opção Definir Relatório de Titulação e prima .
- Marque os campos a serem incluídos com o símbolo \* utilizando as teclas  e  e prima  para alternar a seleção.
- Prima  e depois  para voltar ao ecrã principal.

### 8.3. ADICIONAR O REAGENTE NO COPO DE TITULAÇÃO

O recipiente de titulação deve ser preenchido com solvente até a marca de mínimo (MIN) (cerca de 75 mL):

- Desde o ecrã **Em espera** prima .
- Prima .
- Aguarde até que o recipiente esteja cheio até a marca de mínimo (MIN) com solvente.
- Pare a bomba de ar ao premir .
- Prima  e em seguida, insira a quantidade aproximada de solvente no recipiente.
- Prima  para confirmar.

### 8.4. PREPARAR O REAGENTE PARA AS AMOSTRAS

Antes de iniciar uma titulação, a humidade residual dentro do recipiente de titulação e o solvente devem ser reagidos.

- Desde o ecrã **Em espera** prima a tecla . O titulador entrará no modo de **Pré-Titulação** e começará a gerar iodo no recipiente de titulação.
- Uma vez que toda a humidade residual tenha sido reagida (o potencial do endpoint é atingido), o titulador entrará em modo de **Análise de Deriva** (Entrada Automática de Deriva apenas). O titulador calcula a taxa de

humidade atmosférica que se infiltra no copo de titulação durante o minuto seguinte e apresenta o resultado no canto inferior direito do visor.

- Se a Taxa de Deriva for estável e o potencial do endpoint for mantido, o titulador entrará em modo **Standby**. O titulador continua a manter o potencial do endpoint e atualiza a taxa de deriva em background.

**Nota:** Os elétrodos detetores novos (ou limpos) têm baixa resistência elétrica devido à falta de complexos de platina-iodo na superfície do eletrodo. Isso pode fazer com que as leituras iniciais de mV sejam baixas e impedir a pré-titulação adequada do reagente. Para que ocorra a pré-titulação adequada, o valor do endpoint deve ser de 200 a 250 mV abaixo do valor de mV do reagente “húmido”. Se necessário, ajuste o endpoint e/ou a corrente imposta nas Opções do Método para facilitar a pré-titulação adequada. O complexo de platina-iodo deve-se formar após várias titulações e aumentar as leituras de mV.

## 8.5. PREPARAR A AMOSTRA

### PREPARAÇÃO DA MASSA DA AMOSTRA

Medir o tamanho da amostra por massa usando uma balança analítica fornecerá os resultados mais reprodutíveis.

As amostras serão injetadas através do septo.

Pesar a seringa antes e depois da injeção para aumentar a precisão (técnica de pesagem).

### PREPARAÇÃO DO VOLUME DA AMOSTRA

As amostras líquidas podem ser adicionadas por volume.

As amostras devem ser adicionadas usando uma seringa e agulha de precisão.

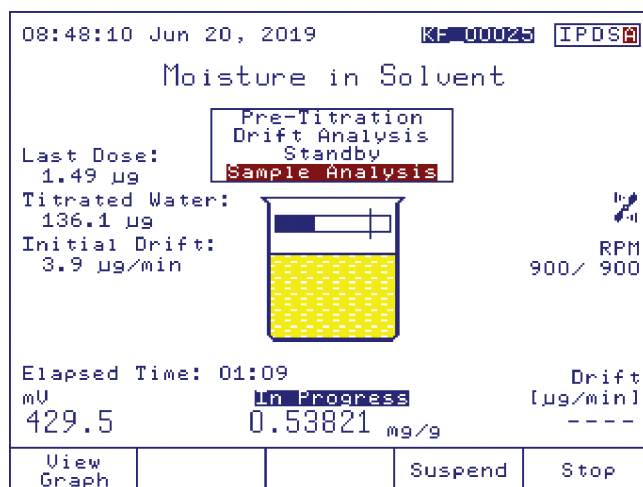
## 8.6. EFETUAR UMA TITULAÇÃO

- No ecrã principal prima Sample Analysis para analisar uma amostra. Será pedido para introduzir o tamanho do titulado. Adicione a amostra preparada ao recipiente de titulação. Introduza o tamanho do titulado e prima Sample Analysis. O titulador iniciará a análise de acordo com o método selecionado.
- No final da titulação, a mensagem “Titulação Completa” aparecerá no estado da titulação, juntamente com a concentração final da humidade na amostra, o volume do endpoint e outras informações relevantes. O titulador entrará em modo **Standby** automaticamente.

Sample Analysis Result		IPD
1.1629 mg/g		
Titration Completed		
Analysis Duration:	04:32 [mm:ss]	
Titrated Water:	292.8 µg	
Drift Value:	3.9 µg/min	
Sample Size:	0.2366 g	
Report ID:	KF_00025	
Escape	View Report	Average Results

## 8.7. ECRÃ DE TITULAÇÃO

Durante a titulação será indicado o seguinte no ecrã:

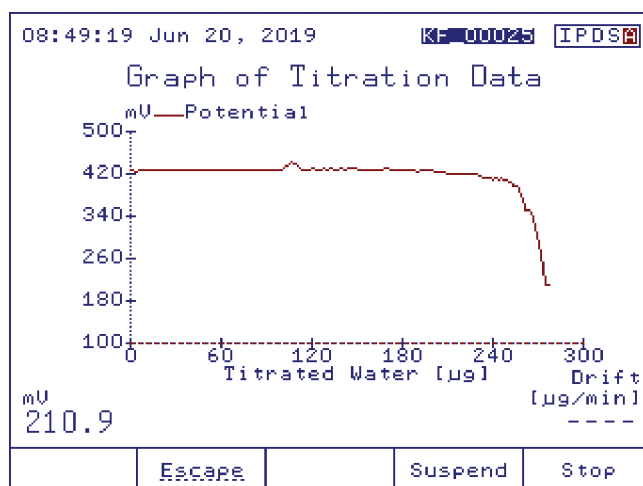


## 8.8. GRÁFICO DE TITULAÇÃO

Prima **View Graph** para visualizar o gráfico de titulação em tempo real.

A curva exibida é um gráfico do Potencial do Eléctrodo vs. Água Titulada.

Uma linha horizontal tracejada representa o potencial do endpoint seleccionado.



**Nota:** Para solventes frescos, os primeiros gráficos de titulação podem parecer um pouco ruidosos. Após várias titulações, a velocidade de reacção e o gráfico devem melhorar.

## 8.9. FINALIZAÇÃO DA TITULAÇÃO

A titulação é finalizada quando as condições dos critérios de finalização forem atendidos.

O Critério de Finalização padrão é um valor de mV, no qual a titulação é finalizada após o valor de mV permanecer abaixo do potencial do endpoint para o tempo de estabilidade seleccionado.

Quando a titulação termina, o titulador indica a concentração final da mistura juntamente com a informação de titulação básica.

Para visualizar o relatório personalizado ou o gráfico de titulação, prima **View Report**.

Para visualizar as estatísticas de análises múltiplas, prima **Average Results**.

Quando terminar, prima **Escape** para voltar ao modo standby (se ativo).

## 8.10. RESULTADOS

Os resultados obtidos da titulação são armazenados num ficheiro de relatório, que pode ser visualizado, impresso, transferido para uma Pen USB ou um PC.

Review Result			
KF_00025.RPT			
HI934 - Titration Report			
Method Name:	Moisture in Solvent		
Time & Date:	08:47 Jun 20, 2019		
Titration ID:	KF_00025		
Nr	TitrWater[ug]	mV	Time
0	0.0	426.1	00:00:00
1	0.0	427.3	00:00:01
2	1.5	426.4	00:00:02
3	3.0	425.3	00:00:03
4	4.5	425.3	00:00:04
5	6.0	426.4	00:00:05
6	7.4	426.7	00:00:06

View Graph	ESCAPE	Print Report	Page Up	Page Down
------------	--------	--------------	---------	-----------

## 8.11. VISUALIZAR OS DADOS DA ÚLTIMA TITULAÇÃO

- No ecrã principal prima a tecla **results**. O ecrã **Parâmetros de Dados** é exibido.
- A partir do ecrã **Parâmetros de Dados** seleccione a opção Rever Último Relatório e prima **Select**. O ecrã **Rever Resultados** será exibido.
- Use as teclas **Page Up** e **Page Down** para visualizar informação relacionada com a última titulação efetuada.

## 8.12. IMPRIMIR O RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Ligue uma impressora compatível com o DOS / Windows diretamente ao conector de pinos DB-25 localizado nas traseiras do titulador.







**Nota:** Assegure-se que tanto o titulador como a impressora encontram-se desligados antes de efetuar a ligação.

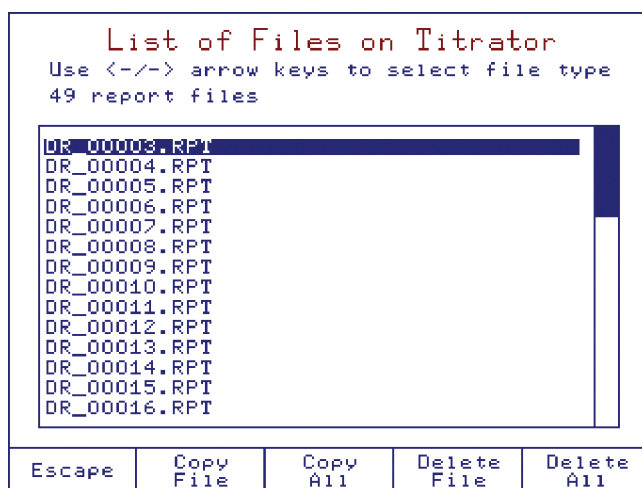
Imprimir o relatório:





- A partir do ecrã **Rever Relatório**, prima **Print Report**.
- Durante a transferência de informação, a mensagem "Imprimindo" será indicada no ecrã. Prima **Escape** para voltar ao ecrã de **Parâmetros de Dados**.
- Prima **Escape** novamente para voltar ao ecrã principal.

### 8.13. GUARDAR OS DADOS PARA UMA PEN USB

Esta função permite a gravação dos resultados das titulações ou sessões de registo numa Pen USB.



- No ecrã principal, prima  e o ecrã **Opções Gerais** será indicado.
- Selecione a opção Guardar Ficheiros para Pen USB usando as teclas  e .
- Insira a Pen na entrada USB.
- Prima , o ecrã **Listagem de Ficheiros no Titulador** será exibido.
- Use as teclas  ou  para selecionar os ficheiros de relatórios.



- Prima  para transferir todos os relatórios disponíveis para a Pen USB, ou selecione o nome do ficheiro de relatório a ser transferido e prima .
- A transferência de um ficheiro de relatório irá transferir automaticamente o ficheiro de registo e o gráfico de titulação correspondentes (ficheiro \*.BMP se aplicável).
- Prima  para voltar ao ecrã **Opções Gerais**.
- Prima  novamente para voltar ao ecrã principal.

**Nota:** O dispositivo de armazenamento USB deve ser formatado em FAT ou FAT32.

## 8.14. RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Utilizando  e  podem ser visualizados os campos apresentados no mostrador ou imprimidos. A mesma informação encontra-se disponível no ficheiro de relatório guardado.

### HI934 - Relatório de Titulação

Nome do Método: TEST 1mg/g  
 Hora & Data: 14:36 Feb 14, 2019  
 ID de Titulação: KF\_00055  
 Nome da Empresa:  
 Nome do Operador:  
 Nome do Eléctrodo:  
 Campo 1:  
 Campo 2:  
 Campo 3:  
 Versão de software do titulador: v1.00  
 Versão de software da placa base: v1.00  
 Versão de software do Agitador: v1.00  
 Número de série do titulador: 101490001111  
 Número de Série do Quadro Analógico: 201510004111  
 Número de série do Agitador: 000000000000  
 Data de Calibração Analógica: Dez 20, 2018

#### Parâmetros de Métodos

Nome: Moisture in Solvent  
 Revisão do Método: 1,0  
 Tipo: KF Coulométrico  
 Tempo de Agitação de Pré- análise: 5 Seg  
 Velocidade de Agitação: 900 RPM  
 Tipo de Agitador: Normal  
 Análise de Deriva: Automática  
 Reagente: Uso geral  
 Parâmetros da Amostra:  
 Determ. da Amostra: Normal  
 Nome da Amostra: AmostraPadrão  
 Tipo de Amostra: Massa  
 Tamanho da amostra: 0,3055 g  
 Parâmetros de Controle:  
 Velocidade da Titulação: Auto  
 Corrente Imposta: 2 µA  
 Valor do End Point: 100,0 mV  
 Modo de Corrente do Gerador: Auto  
 Média de Sinal: 2 Leituras  
 Parâmetros de Finalização:  
 Duração Máxima: 1200 Seg  
 Água Máxima Titulada: 10,0 mg  
 Critério de Finalização: Desvio Relativo  
 Desvio Relativo: 3.0 µg/min  
 Unid. dos Resultados: ppm

Nr	ÁguaTitr[µg]	mV	Tempo
0	0.0	467.4	00:00:00
1	0.0	469.0	00:00:01
2	9.9	467.8	00:00:03
3	19.8	466.2	00:00:04
4	29.8	465.8	00:00:05
5	39.7	465.8	00:00:06
6	49.6	466.2	00:00:07
7	59.5	466.3	00:00:08
8	74.4	466.1	00:00:09
9	89.4	465.8	00:00:10
10	104.3	466.3	00:00:11
11	119.2	466.8	00:00:12
12	134.1	466.8	00:00:13
13	149.1	467.8	00:00:14
14	164.0	469.3	00:00:15
15	186.4	469.1	00:00:16
16	208.9	468.5	00:00:17
17	231.3	468.4	00:00:18
18	253.8	468.4	00:00:19
19	276.3	465.6	00:00:20
20	298.7	472.7	00:00:21
21	321.2	478.0	00:00:22
22	354.9	478.2	00:00:23
23	388.5	477.1	00:00:25
24	422.2	468.8	00:00:26
25	455.9	461.8	00:00:27
26	465.8	482.8	00:00:28
27	475.8	487.3	00:00:29
28	485.7	464.6	00:00:30
29	495.6	463.6	00:00:31
30	505.5	464.9	00:00:32
31	515.5	464.6	00:00:33
32	525.4	464.5	00:00:34
33	535.3	464.5	00:00:35
34	545.2	464.0	00:00:36
35	555.1	463.6	00:00:37
36	565.1	463.5	00:00:38
37	575.0	464.3	00:00:39
38	584.9	461.9	00:00:40
39	594.8	459.6	00:00:41
40	604.8	456.7	00:00:42
41	614.7	457.7	00:00:43
42	624.6	461.8	00:00:44
43	634.5	461.1	00:00:45
44	644.5	460.0	00:00:47
45	654.4	460.0	00:00:48
46	664.3	457.4	00:00:49
47	674.2	454.8	00:00:50
48	684.1	452.1	00:00:51
49	694.1	452.1	00:00:52
50	704.0	449.8	00:00:53
51	713.9	447.6	00:00:54
52	723.8	447.6	00:00:55
53	733.8	447.3	00:00:56
54	743.7	441.1	00:00:57
55	753.6	434.2	00:00:58
56	763.5	429.7	00:00:59
57	773.4	428.7	00:01:00
58	783.4	426.9	00:01:01

59	793.3	419.9	00:01:02
60	803.2	415.5	00:01:03
61	813.1	399.4	00:01:04
62	823.1	373.8	00:01:05
63	833.0	356.4	00:01:06
64	842.9	345.9	00:01:07
65	852.8	330.7	00:01:09
66	862.8	300.6	00:01:10
67	872.7	266.8	00:01:11
68	882.6	237.4	00:01:12
69	892.5	202.0	00:01:13
70	902.4	159.0	00:01:14
71	903.9	116.6	00:01:15
72	905.4	88.9	00:01:16
73	905.4	84.1	00:01:17
74	905.4	92.0	00:01:18
75	905.4	108.4	00:01:19
76	906.9	139.0	00:01:20
77	908.4	181.2	00:01:21
78	909.9	224.5	00:01:22
79	911.4	259.4	00:01:23
80	912.9	288.0	00:01:24
81	914.4	308.3	00:01:25
82	924.3	321.9	00:01:26
83	934.2	331.9	00:01:27
84	944.1	293.3	00:01:29
85	954.0	175.2	00:01:30
86	955.5	79.5	00:01:31
87	955.5	54.4	00:01:32
88	955.5	50.3	00:01:33
89	955.5	54.4	00:01:34
90	955.5	58.0	00:01:35
91	955.5	59.6	00:01:36
92	955.5	61.0	00:01:37
93	955.5	62.1	00:01:38
94	955.5	63.7	00:01:40
95	955.5	65.1	00:01:41
96	955.5	66.4	00:01:42
97	955.5	67.1	00:01:43
98	955.5	67.7	00:01:44
99	955.5	68.0	00:01:45
100	955.5	69.2	00:01:46
101	955.5	70.3	00:01:47
102	955.5	70.3	00:01:48
103	955.5	70.5	00:01:49
104	955.5	71.8	00:01:51
105	955.5	72.7	00:01:52
106	955.5	72.0	00:01:53
107	955.5	72.6	00:01:54
108	955.5	73.3	00:01:55
109	955.5	73.6	00:01:56
110	955.5	74.2	00:01:57
111	955.5	73.7	00:01:58
112	955.5	73.6	00:01:59
113	955.5	73.9	00:02:00
114	955.5	73.5	00:02:02
115	955.5	73.9	00:02:03
116	955.5	74.3	00:02:04
117	955.5	74.4	00:02:05
118	955.5	74.3	00:02:06

119	955.5	74.5	00:02:07
120	955.5	75.7	00:02:08
121	955.5	75.7	00:02:09
122	955.5	75.2	00:02:10
123	955.5	76.2	00:02:11
124	955.5	76.8	00:02:13

Resultados de Titulação

Nome do Método: Moisture in Solvent  
 Hora & Data: 14:36 Feb 14, 2019  
 Tamanho da amostra: 0,3066 g  
 Valor do Desvio: 5.2 µg/min  
 Água Titulada 955.53

µg

Resultado: 3,1105 mg/g  
 Duração da Titulação: 03:12 [mm:ss]  
 Tipo de eletrodo do Gerador: HI 900512  
 Titulação está concluída  
 Nome do Operador:

Assinatura do Técnico: \_\_\_\_\_

# PARTE 2: MANUAL DE INSTRUÇÕES



## 1. DEFINIÇÕES

### 1.1. DESEMBALAMENTO

Retire o titulador e acessórios da embalagem e examine-os. Certifique-se de que não sofreram danos no transporte. Se detetar algum dano ou falta, por favor notifique o Apoio a Clientes Hanna Instruments.

Cada titulador **HI934** é fornecido com:

#### ITEM

#### QUANTIDADE

Titulador.....	1 un.
Conjunto da bomba de ar e o agitador magnético.....	1 un.
Conjunto de recipiente de Titulação .....	1 un.
• Recipiente de Titulação	
• Vedante de vidro	
• Tampa da porta de amostra e septo	
• Barra de agitação	
• Dessecante	
• Cartucho de Dessecante	
• Acessórios	
• O-rings	
Copo.....	1 un.
Parafusos de bloqueio de bomba com cabeça plástica.....	2 un.
Conjunto de frasco de reagente .....	1 un.
• Tampa do frasco	
• Dessecante	
• Cartucho de Dessecante	
• Acessórios	
• O-rings	
• Tubos (Silicone e PTFE)	
Conjunto de frasco para resíduos.....	1 un.
• Tampa do frasco	
• Dessecante	
• Cartucho de Dessecante	
• Acessórios	
• O-rings	
• Tubos (Silicone e PTFE)	
Detetor de Eléctrodo .....	1 un.
Chave de calibração.....	1 un.
Adaptador de troca de reagente .....	1 un.
Suporte de adaptador de reagente .....	1 un.
Lubrificante para junta em vidro .....	1 un.
Eléctrodo gerador Karl Fischer com cabo removível.....	1 un.
Adaptador de energia .....	1 un.

Cabo USB .....	1 un.
Manual de instruções .....	1 un.
Dispositivo de armazenamento USB	1 un.
Certificado de Qualidade .....	1 un.

Relatório de Conformidade da Bureta ISO 8655

Consulte a seção **9. ACESSÓRIOS** para ver as imagens dos componentes.

**Nota:** Conserve a embalagem completa até ter a certeza que o equipamento funciona corretamente. Qualquer item danificado ou defeituoso deve ser devolvido na sua embalagem original, juntamente com os acessórios fornecidos.

## 1.2. MEDIDAS DE SEGURANÇA

Devem ser seguidas as seguintes medidas de segurança:

- 1) Nunca conecte ou desconecte o conjunto da bomba de ar e o agitador magnético com o titulador ligado.
- 2) Certifique-se que o frasco de reagente, frasco para resíduos e o recipiente de titulação estão montados corretamente.
- 3) Assegure-se sempre que reagente, frascos de resíduos e o copo de titulação estão devidamente montados.
- 4) Limpe sempre imediatamente derrames e salpicos.
- 5) Evite as seguintes condições ambientais de trabalho:
  - Vibrações intensas
  - Luz solar direta
  - Humidade relativa atmosférica acima de 80 %, sem condensação
  - Temperaturas ambiente abaixo de 10°C e acima de 40°C.
  - Riscos de explosão
  - Proximidade de fontes de aquecimento ou refrigeração
- 6) A manutenção do titulador de ser realizada apenas por pessoal qualificado.

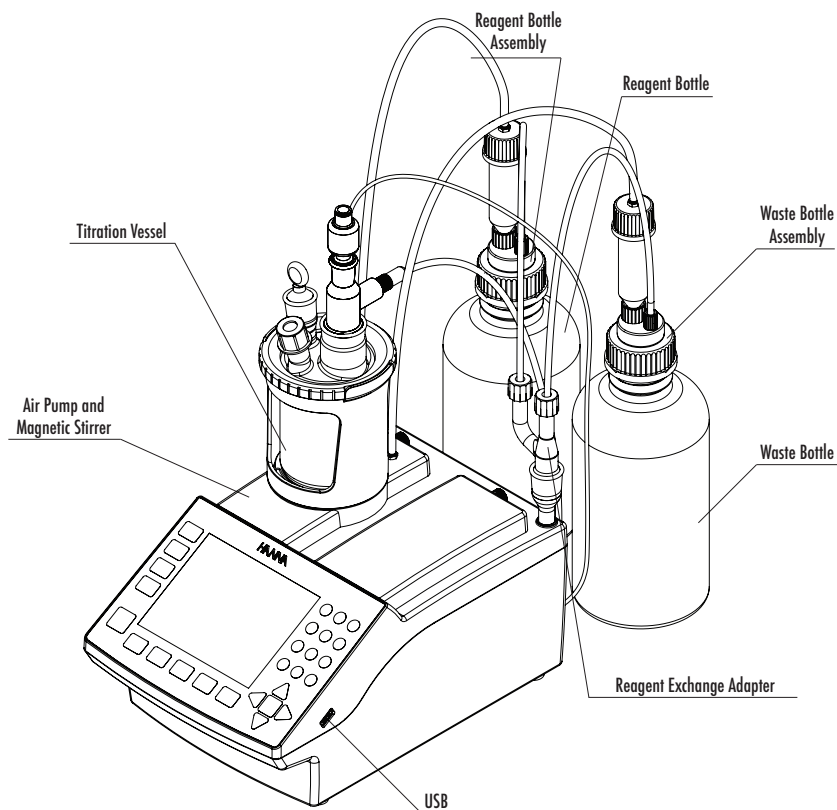
## 1.3. ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS

Medição	Gama	1 ppm a 5%
	Resolução	0,1 ppm
	Unidades de Resultado	%, ppm, mg/g, $\mu\text{g/g}$ , mg, $\mu\text{g}$ , mg/mL, $\mu\text{g/mL}$ , ppt, mgBr/100g, gBr/100g, mgBr, gBr
	Tipo de Amostra	Líquida ou Sólida
Determinação	Acondicionamento Pré-Titulação	Automática
	Correção de Deriva Background	Automática ou valor selecionável pelo utilizador
	Critérios de Ponto final	Persistência mV fixa, paragem Relativa de deriva ou paragem Absoluta de deriva
	Dosagem	Dinâmica com 3 configurações de velocidade
	Estatística de Resultado	Média, Deriva Padrão
Recipiente de Titulação	Tipo	Vidro borossilicato com conexões de junta de vidro cónico padrão
	Volume de Funcionamento	100 a 200 mL
	Septo	Borracha de silicone
	Rosca da tampa do septo	GL-18
	Porta do Reagente	Cónica, padrão 19
Detetor de Eléctrodo	Tipo	Eléctrodo de polarização, com duplo pino de platina
	Conexão	BNC
	Conexão em vidro	Cónica, padrão 14/20
	Corrente de Polarização	1, 2, 5, 10 $\mu\text{A}$
	Gama de Voltagem	2 pH (1100 mV)
	Resolução de Voltagem	0,1 mV
	Precisão	$\pm 0,1\%$
Eléctrodo gerador	Tipo	Com diafragma ou Sem diafragma
	Deteção de Tipo de Eléctrodo	Automática
	Ligações Eléctricas	Conetor de 5 pinos com cabo destacável
	Conexão em vidro	Cónica, padrão 29/12
	Corrente Máxima	400 mA
	Controlo de Corrente	Automático ou fixo (400 mA)
Agitador	Tipo	Magnético, regulado eletronicamente
	Velocidade	200 a 2000 RPM
	Resolução	100 RPM
	Agitador Externo	A conexão mini DIN de 4 pinos permite o controlo de um aparelho de agitação externo

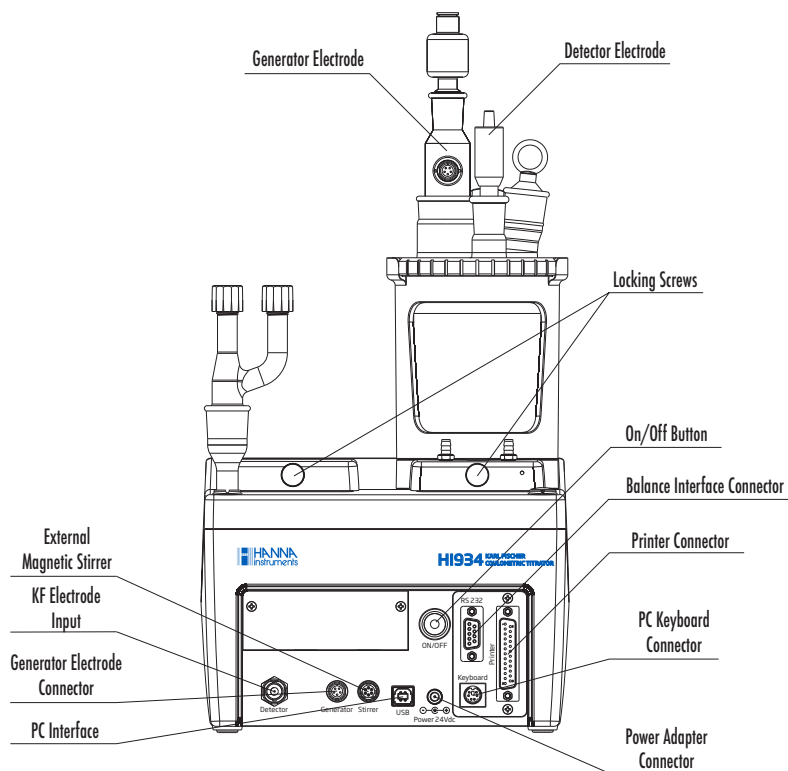
Sistema de Manuseamento de Reagente	Tipo	Sistema isolado com bomba de ar com diafragma integrado
	Tipo de Dessecante	Peneiras moleculares
	Tipo de rosca do frasco	GL-45
	Conexão em vidro	Cônica, padrão 19 (com o adaptador fornecido)
	Tubos de Reagente/ Resíduos	PTFE
Periférico Dispositivos	Ligação ao PC	1 x USB Standard B
	Flash Drive USB	1 x USB Standard A
	Balança Analítica	1 x ficha DB-9
	Impressora	1 x soquete DB-25
	Teclado externo para PC	1 x Mini DIN de 6 pinos
Adicional Especificações	Mostrador	Ecrã gráfico a cores de 5.7" com retroiluminação.
	Idiomas	Inglês, Português, Espanhol, Francês
	Fonte de alimentação	100-240 VAC, 50/60 Hz
	Consumo de potência	0.5 Amps
	Material de Revestimento	ABS, PC e Aço Inoxidável
	Teclado	Poliéster
	Dimensões	315 x 205 x 375 mm
	Peso	Cerca de 4,3 kg com 1 bomba, agitador e sensores
	Ambiente de Funcionamento	10 a 40 °C (50 a 104 °F); HR até 80 %
	Ambiente de Armazenamento	-20 a 70 °C (-4 a 158 °F); HR até 95 %

## 1.4. INSTALAÇÃO

## 1.4.1. VISTA LATERAL DIREITA DO TITULADOR



## 1.4.2. VISTA TRASEIRA DO TITULADOR



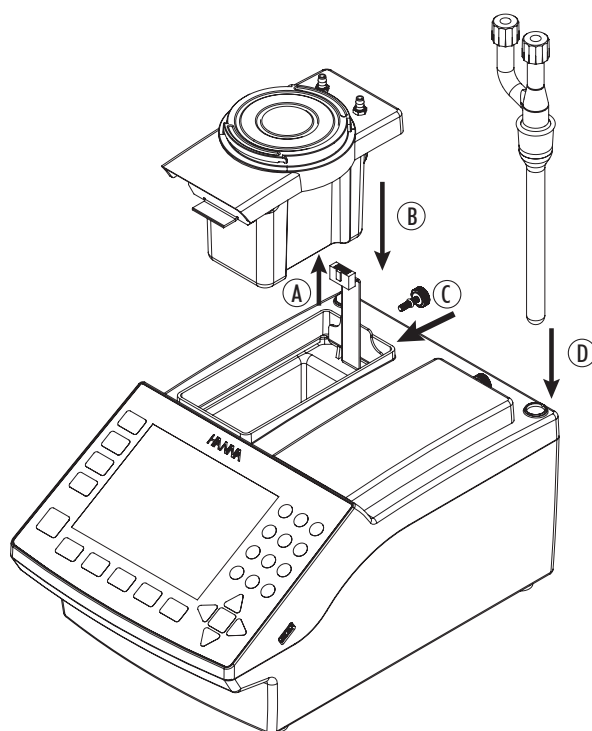
### 1.4.3. INSTALAÇÃO DO TITULADOR

**Aviso!** Todas as operações de instalação devem ser completadas antes de ligar o titulador à corrente elétrica!

#### 1.4.3.1. CONECTAR A BOMBA DE AR E SUPORTE DE REAGENTE

Para conectar a bomba de ar e o agitador magnético, siga os seguintes passos:

- Retire o cabo da ar bomba do interior do compartimento esquerdo.
- Ligue o cabo à bomba de ar como indicado abaixo (A). O conector está localizado na parte inferior do conjunto da bomba de ar,
- Baixe a bomba para o titulador (B), depois deslize-a na direção da frente do titulador até estar firmemente travada.
- Fixe a bomba com o parafuso de bloqueio (C).
- Insira o suporte do adaptador de reagente no local dedicado (D).



### 1.4.3.2. RECIPIENTE DE TITULAÇÃO

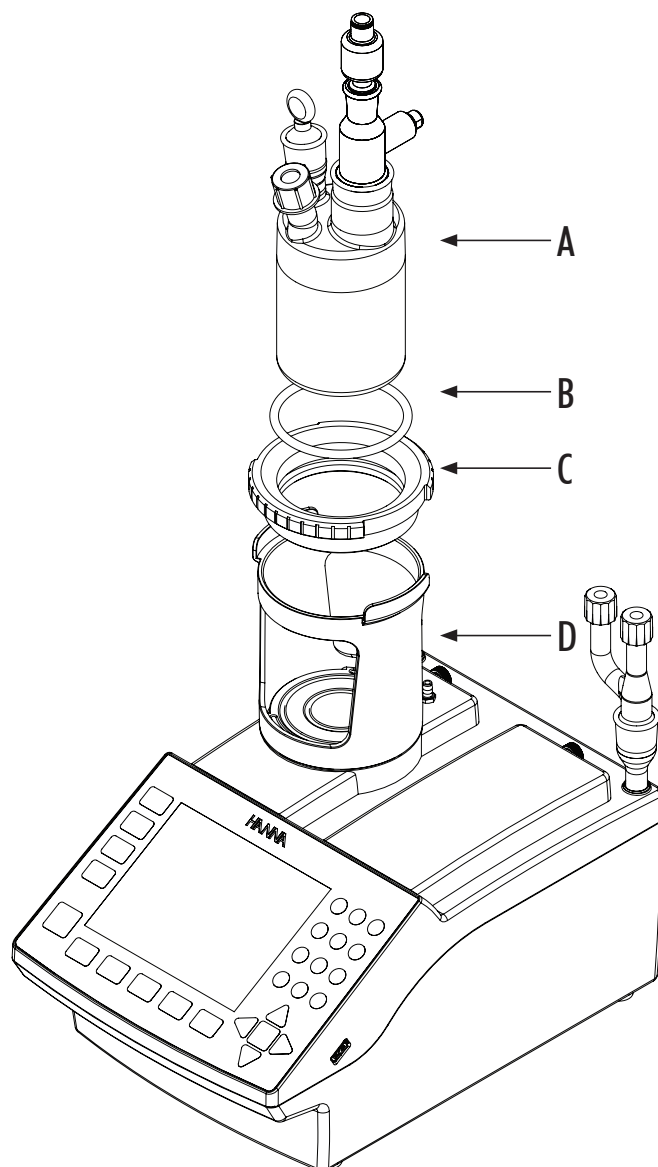
A titulação é realizada num recipiente vedado. Ao recipiente de titulação podemos ainda chamar recipiente de reação, célula de titulação ou célula de reação.

As características de design do recipiente de titulação do **HI934** são as seguintes:

- Durabilidade, fácil de utilizar e limpar.
- Todas as células de vidro são fabricadas com juntas de vidro fosco para uma permeabilidade ao vapor de água ultra baixa e alta resistividade química aos reagentes Karl Fischer.
- Uma porta de amostra com tampa de rosca aberta para fácil substituição do septo.
- Um cartucho dessecante com peneiras moleculares para secar o ar ambiente que entra na célula como reagente e as amostras são adicionadas ou removidas do recipiente de titulação.
- Uma porta de eletrodo para geradores com ou sem diafragma.

Para anexar o recipiente de titulação, siga os passos abaixo:

- Alinhe o suporte do recipiente (D) com a placa de base e aperte rodando no sentido horário.
- Insira o adaptador de suporte (C) no suporte do recipiente (D) enquanto alinha os encaixes. Se o o-ring (B) não estiver instalado, insira-o na ranhura interna do adaptador de suporte (C).
- Baixe o recipiente de titulação para o suporte do recipiente (D), empurrando-o suavemente através do adaptador do suporte (C).

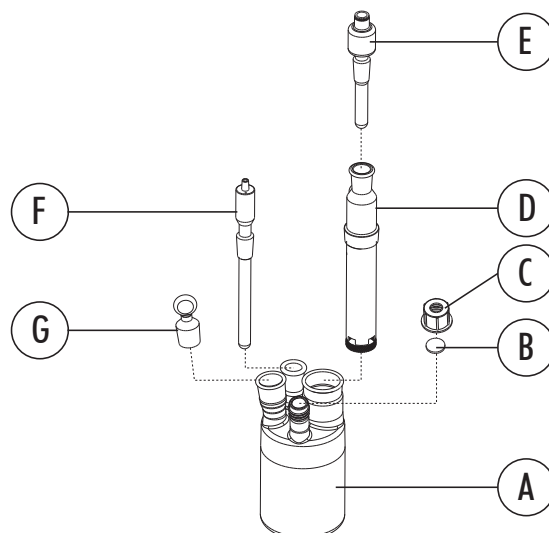


### 1.4.3.3. TOPO DO RECIPIENTE DE TITULAÇÃO

**Aviso!** Não aperte demasiado as conexões! Isso pode causar danos permanentes aos o-rings e ao topo do recipiente!

Para montar o topo do recipiente siga os passos abaixo:

- 1) Insira o detetor de eléctrodo Karl Fisher (F) na porta de vidro fosco dedicada.
- 2) Insira o eléctrodo gerador Karl Fisher (D) na porta de vidro fosco dedicada.
- 3) Encaixe o cartucho de dessecante (E) na parte superior do eléctrodo gerador (D).
- 4) Coloque o vedante de vidro (G) na porta de vidro fosco dedicada.
- 5) Coloque o septo de borracha de silicone (B) na parte inferior da tampa GL-18 (C). Fixe a tampa no recipiente de titulação.



#### 1.4.3.3.1. DETETOR DE ELÉTRODO KARL FISCHER

O detetor de eléctrodo Karl Fisher (F) consiste em dois pinos de platina paralelos, selados num corpo de vidro de 10 mm de diâmetro. Dois pinos de aço conectam os elementos de platina a um conector BNC padrão, o que permite uma fácil fixação ao **HI934**.

#### 1.4.3.3.2. ELÉTRODO GERADOR KARL FISCHER

O eléctrodo gerador Karl Fisher (D) consiste em dois eléctrodos de platina (ânodo e cátodo) num corpo de vidro. O ânodo e o cátodo podem ser separados por um diafragma embutido no corpo do gerador. O **HI934** pode ser utilizado com geradores com diafragma e sem diafragma.

#### 1.4.3.3.3. CARTUCHO DESSECANTE

O cartucho dessecante (E) fornece um caminho seco para a equalização de pressão entre o ar ambiente e o interior do recipiente de titulação.

#### 1.4.3.3.4. PORTA DE TROCA DE REAGENTE

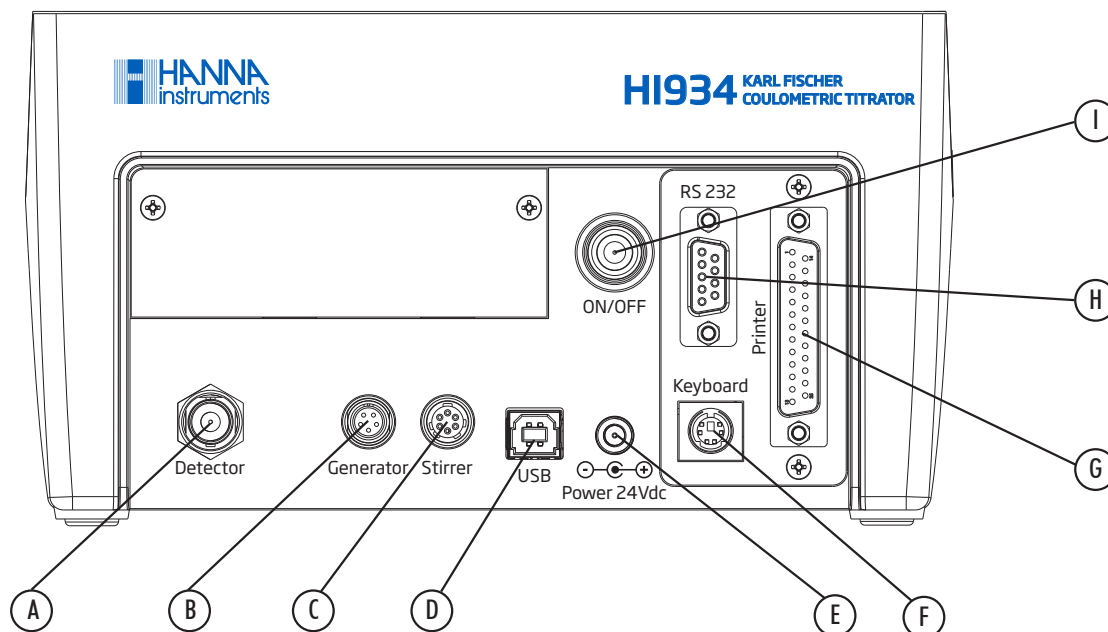
O recipiente de titulação do **HI934** pode ser conectado aos frascos de reagentes e resíduos usando a porta de troca de reagentes e o adaptador fornecido. O adaptador de troca de reagentes pode permanecer conectado ao recipiente de titulação durante a operação caso não seja necessário uma taxa de deriva menor.

#### 1.4.3.3.5. PORTA DE AMOSTRA

A porta de amostra consiste num septo de borracha de silicone (B) fixado no lugar com uma tampa GL-18 aberta (C). Isso permite que as amostras líquidas sejam adicionadas ao recipiente de titulação com uma seringa e agulha enquanto sela o recipiente da humidade atmosférica. O septo de borracha pode ser facilmente substituído conforme necessário removendo a tampa rosqueada.

## 1.4.4. LIGAÇÕES ELÉTRICAS

- Ligue o detector de elétrodo Karl Fischer ao conector BNC (A).
- Ligue o elétrodo gerador Karl Fischer ao conector de 5 pinos (B), utilizando o cabo fornecido.
- Ligue o cabo adaptador de voltagem ao conector de energia (E).



	Função	Tipo de conector
A	Detector de Elétrodo	Ficha BNC
B	Elétrodo gerador	Conector de 5 pinos
C	Agitador Magnético Externo	Conector de 6 pinos
D	Interface com o USB	USB Standard B
E	Conector de Entrada de Energia (24VDC)	Conector Jack de voltagem DC
F	Teclado externo para PC	Mini DIN de 6 pinos (Standard PS2)
G	Impressora	1 x ficha DB-25
H	Interface RS232 (configuração da balança)	1 x ficha DB-9
I	Interruptor de Energia	

### 1.4.5. CONJUNTO DE FRASCO PARA REAGENTE E PARA RESÍDUOS

Os conjuntos do topo do frasco são equipados com cartuchos dessecantes contendo peneiras moleculares, o que garante que o ar que passa pelo sistema de manuseamento de reagente tenha sido seco.

**Nota:** As peneiras moleculares têm uma capacidade limitada de absorver a humidade e normalmente esgotam-se após 3 a 5 semanas. As peneiras moleculares podem ser regeneradas a 300 °C.

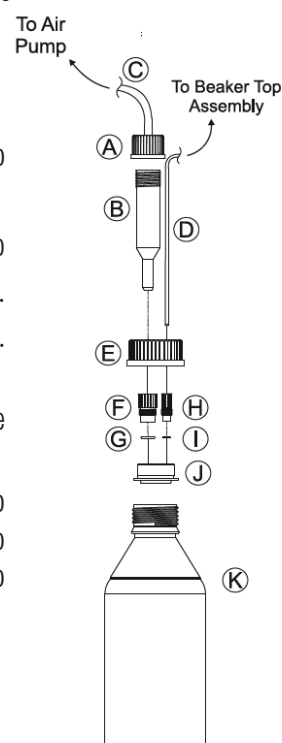
Os topos dos frascos são construídos em PTFE e foram projetados para acomodar frascos de reagentes com tampas do tipo GL-45.

Os conjuntos do topo do frasco para resíduos e reagente incluem tubos de PTFE azuis para o manuseamento do reagente Karl Fischer líquido e um tubo flexível transparente à base de silicone para uso com a bomba de ar.

**Atenção:** A maioria dos reagentes Karl Fischer emite vapores nocivos. Consulte a Folha de Dados de Segurança do fabricante, relativa ao material, para obter informações quanto ao manuseamento seguro.

Para montar o frasco para reagente e resíduos, siga os passos abaixo:

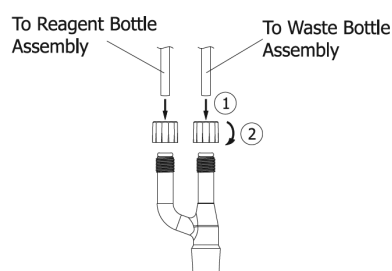
- Insira um topo em PTFE (J) numa tampa GL-45 (E).
- Enrosque na tampa do dessecante com o encaixe roscado (A).
- Insira um cartucho dessecante (B) com a tampa de encaixe roscado (A) pelo encaixe de 10 mm (F) e O-ring de 10 mm (G).
- Insira e enrosque o encaixe dessecante no orifício correspondente. Prenda o conjunto do cartucho dessecante no topo em PTFE (J) com o encaixe de 10 mm (F).
- Insira o tubo para reagente/resíduos (D) no encaixe de 5 mm (H) e anexe o O-ring (I).
- Insira e enrosque o encaixe do tubo no orifício correspondente na tampa.
- Enrosque a tampa GL-45 (E) com o conjunto completo no frasco para reagente ou resíduos.
- Adicione o tubo de ar (C) à tampa do dessecante (A) e ligue-o na posição correspondente na bomba de ar. A posição "Fill" (Encher) liga-se ao conjunto do frasco para reagente. A posição "Empty" (Esvaziar) liga-se ao conjunto do frasco para resíduos.



### 1.4.6. ADAPTADOR DA TROCA DE REAGENTE

O adaptador da Troca de Reagente é utilizado para conectar o reagente e os frascos para resíduos ao recipiente de Titulação. O adaptador consiste num conjunto de o-rings e tampas de compressão que formam uma vedação à volta dos tubos para reagente e resíduos, e uma junta de vidro para conectar ao recipiente de titulação. As tampas de compressão podem ser soltas ao inserir os tubos ou ajustar a posição do tubo e apertadas para manter os tubos no lugar. Como montar o Adaptador da Troca de Reagente:


- Solte as tampas de compressão no Adaptador de Troca de Reagentes para que os o-rings sejam descomprimidos.
- Deslize o tubo de reagente em PTFE azul (do conjunto do frasco de reagente) pela tampa e o-ring no lado do ângulo certo do Adaptador da Troca de Reagente. O tubo deverá estar pelo menos 1 polegada (2,54 cm) dentro do adaptador.
- Aperte a tampa até que o tubo para reagente esteja no lugar.
- Deslize o tubo de reagente em PTFE azul (do conjunto do frasco para resíduos) pela tampa e o-ring em ângulo reto do Adaptador da Troca de Reagente. O tubo deverá estar pelo menos 1 polegada (2,54 cm) dentro do adaptador.
- Aperte a tampa até que o tubo para resíduos esteja no lugar.
- Coloque a Adaptador da Troca de Reagente no suporte.

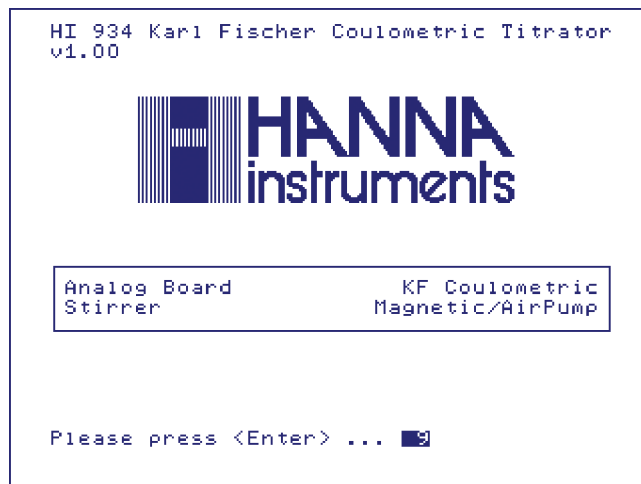


## 2. INTERFACE COM O UTILIZADOR

### 2.1. ARRANQUE

Uma vez instalado o instrumento, siga os passos indicados em baixo para ligar o titulador:

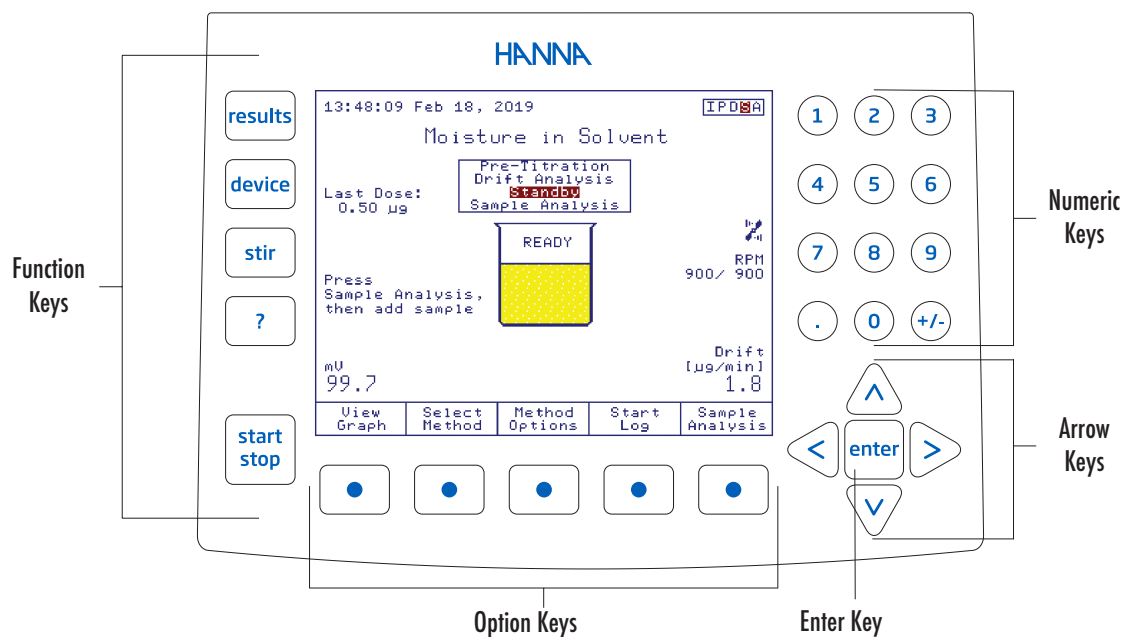
- Ligue o titulador a uma tomada elétrica utilizando o adaptador de voltagem fornecido.
- Ligue o instrumento premindo o botão de energia localizado no painel traseiro do instrumento
- Aguarde até que o titulador termine o processo de inicialização.
- Prima a tecla  quando lhe for pedido ou aguarde alguns segundos para que o titulador se ligue.



**Nota:** Todos os processos de inicialização realizados devem ser completados com sucesso. Caso falhe algum processo, volte a iniciar o titulador. Se o problema persistir contacte o Serviço de Apoio ao Cliente da Hanna Instruments.






### 2.2. TECLADO

O teclado do titulador divide-se em cinco categorias, do seguinte modo:



### 2.2.1. TECLAS DE FUNÇÃO

Se uma destas teclas é premida, a função associada é realizada imediatamente. Algumas das teclas apenas estão ativas em ecrãs específicos:

-  Inicia ou para um processo de titulação
-  Liga e desliga o agitador selecionado
-  Reservado
-  Accede ao Menu Parâmetros de Dados (relatórios, BPL, informação do medidor, configuração do relatório)
-  Apresenta Ajuda contextual

### 2.2.2. TECLAS DE OPÇÃO

Estas teclas estão atribuídas a teclas virtuais no ecrã. As suas funções estão descritas nas caixas por cima das teclas e variam de acordo com o ecrã apresentado.





Uma tecla virtual que esteja sublinhada também pode ser ativada premindo a tecla .

### 2.2.3. TECLA DE SETA

Estas teclas possuem as seguintes funções:

- Mover o cursor no ecrã.
- Aumentar e diminuir a velocidade do agitador e outras definições.
- Selecione um carácter (apenas no ecrã alfanumérico).
- Navegar através das opções do menu.

### 2.2.4. TECLAS NUMÉRICAS

- Teclas de  a  Usadas para introduzir números.
-  Alterna entre valores positivos e negativos.
-  Usada para ponto decimal.

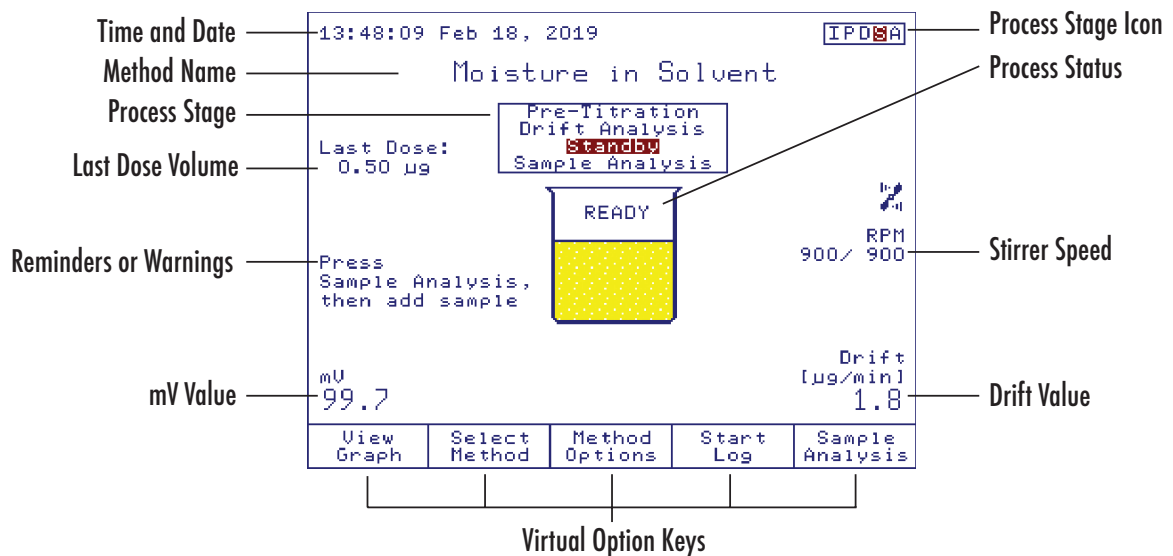
### 2.2.5. TECLA "ENTER"

Esta tecla possui as seguintes funções:

- Aceita a introdução de dados alfanuméricos.
- Executa a tecla virtual de opção predefinida (sublinhada).

## 2.3. MOSTRADOR

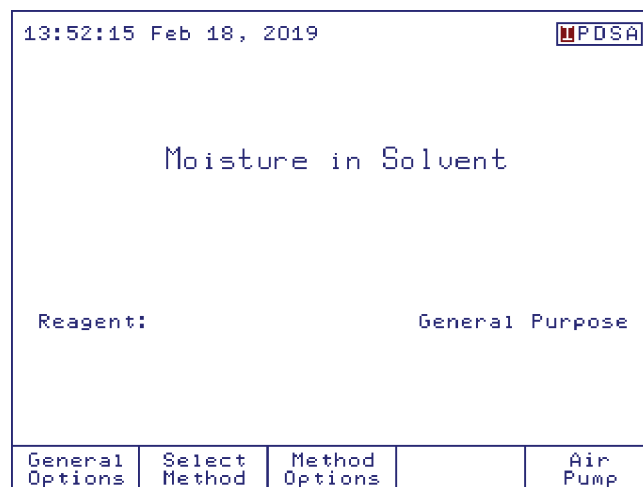
O titulador possui um amplo ecrã gráfico a cores. O ecrã principal é indicado em baixo com uma descrição resumida dos segmentos do ecrã.



O interface do utilizador contém vários ecrãs. Para cada função de titulação, podem ser usados um ou mais ecrãs.

### 2.3.1. ECRÃ EM ESPERA

Após ligar e inicializar o titulador, o primeiro ecrã apresentado é o ecrã **Em Espera**.

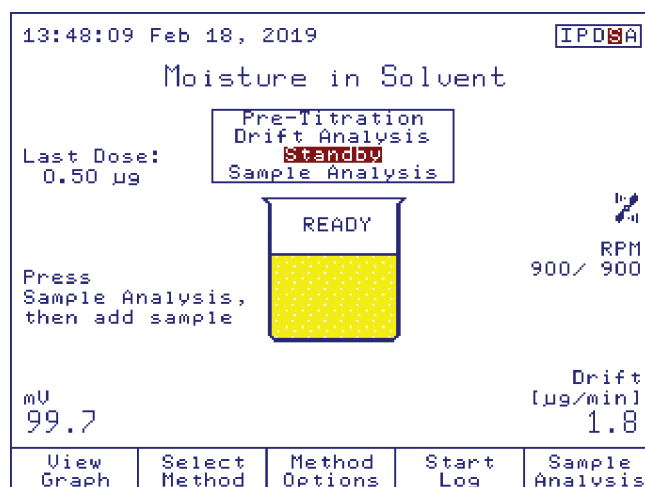


Campos do ecrã **Em Espera**:

- Nome do Método** Apresenta o nome do método selecionado.
- Data e Hora** Apresenta a data e hora atual.
- Informação do agitador** A velocidade de agitação atual/definida é indicada em RPM. Quando o agitador encontra-se desligado, a informação do agitador não é apresentada.
- Reagente** Apresenta o nome do reagente atual.
- Lembretes** Indica quando é necessário realizar uma tarefa e apresenta mensagens de erro ou de aviso.
- Ícone Estado do Processo** Apresenta o estado do processo com um desenho descritivo.

## 2.3.2. ECRÃ DE TITULAÇÃO

Quando o utilizador prima a tecla **start stop** enquanto no modo **Em Espera**, são iniciados todos os processos relacionados à titulação. O processo de titulação consiste na **Pré-Titulação**, **Análise de Deriva**, **Standby** e **Análise da Amostra**.



Campos do ecrã Titulação:

**Nome do Método** Apresenta o nome do método selecionado.

**Data e Hora** Apresenta a data e hora atual.

**Campo Estado do Processo** Apresenta o processo atual (Pré-Titulação, Análise de Deriva, Standby, Análise da Amostra).

**Estado do Processo** Apresenta o estado do processo com um desenho descritivo.

**Leitura mV** Apresenta o potencial do eletrodo KF.

**Última Dose** Apresenta a última dose gerada, na água µg.

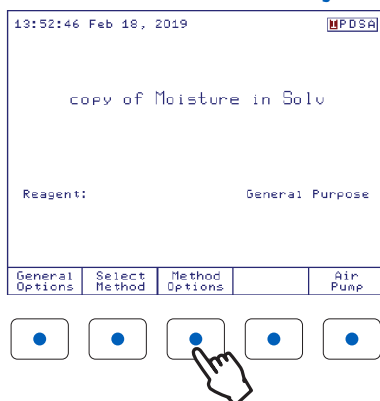
**Valor de Deriva** Apresenta o valor de Deriva em µg / min (quando disponível).

**Informação do agitador** A velocidade de agitação atual/definida é indicada em RPM.

**Lembretes** Indica quando é necessário realizar uma tarefa e apresenta mensagens de erro ou de aviso.

## 2.4. MENU DE NAVEGAÇÃO

### 2.4.1. SELECIONAR UMA OPÇÃO



Para selecionar uma opção, prima a tecla de opção por baixo da tecla virtual. Por exemplo, para aceder ao ecrã **Opções do Método** prima a tecla de opção por baixo.

## 2.4.2. SELECIONAR UM ITEM DO MENU

View / Modify Method MPDSA

Id: USER0002 Modified: Jun 05, 2019 19:06  
Select the option to be modified.

```

Name:      copv of Moisture in Soil
Method Revision: 1.0
Type:      KF Coulometric
Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Reagent:   General Purpose
Sample Parameters:
Control Parameters:
Termination Parameters:
Result Unit: PPM
Significant Figures: XXXXX
  
```

Select    Escape    Print Method



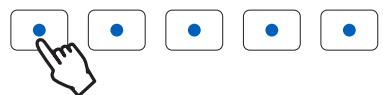
Method Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

```

A B C D E F G H I J K L M
N O P Q R S T U V W X Y Z
a b c d e f g h i j k l m
n o p q r s t u v w x y z
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % & $
! " # $ % & ' ( ) * + -
: ; < > ? [ \ ] ^ _ ` { | } ~
Moisture in Soil
  
```

Accept    Escape    Delete Letter    Cursor Left    Cursor Right



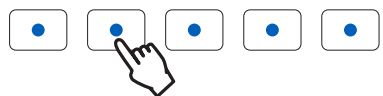
View / Modify Method MPDSA

Id: USER0002 Modified: Jun 05, 2019 19:06  
Select the option to be modified.

```

Name:      Moisture in Soil
Method Revision: 1.0
Type:      KF Coulometric
Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Reagent:   General Purpose
Sample Parameters:
Control Parameters:
Termination Parameters:
Result Unit: PPM
Significant Figures: XXXXX
  
```

Select    Escape    Print Method



## 2.4.4. GUARDAR MODIFICAÇÕES

Saving Method

Select a menu option.

```

Save Method
Exit Without Saving Method
  
```

"Escape" - exits without saving method.

Select    Escape



Para selecionar um item do ecrã do menu, use as teclas e para mover o cursor.

Quando o menu é maior do que o ecrã, ativa-se uma barra de deslocamento no lado direito.

Para ativar o item de menu selecionado, prima a tecla ou .

## 2.4.3. ADICIONAR TEXTO

Para introduzir texto numa caixa de introdução alfanumérica, primeiro apague o texto existente usando .

Para introduzir uma letra, seleccione-a usando a tecla de seta e, sem seguida, prima . Use o mesmo procedimento para introduzir o nome completo.

Para editar, use as e .

Quando a edição estiver terminada, prima .

O nome do método será atualizado e apresentado no campo do nome do ecrã **Ver/Modificar Método**.

Quando todos os parâmetros desejados já tiverem sido definidos, prima

.

O ecrã **Guardar Método** permite ao utilizador guardar as modificações.

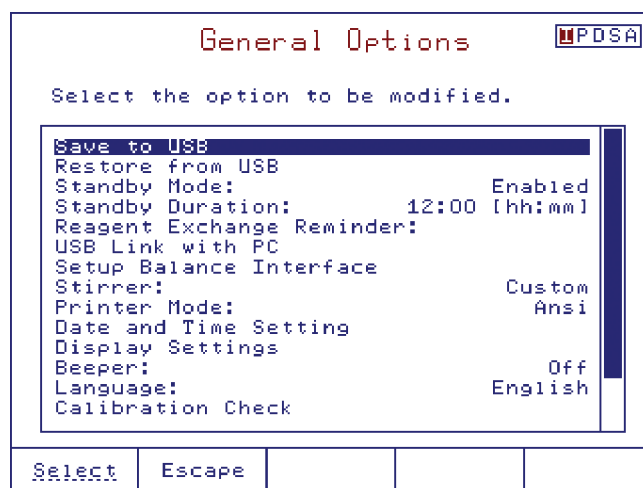
Para sair sem guardar, prima ou seleccione a opção Sair sem guardar Método e, em seguida, prima . Para guardar as modificações, seleccione a opção Guardar Método e, em seguida, prima

.

**Nota:** Para aceder ao menu de ajuda contextual, prima a qualquer momento. A ajuda está relacionada com o ecrã apresentado. Prima a tecla ou para regressar ao ecrã anterior.

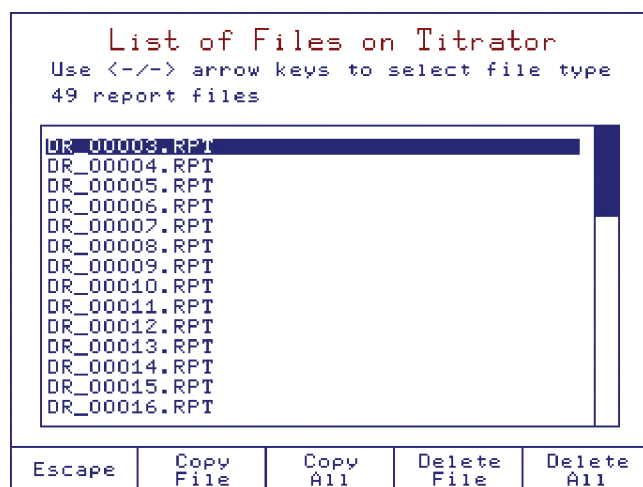
### 3. OPÇÕES GERAIS

O ecrã **Opções Gerais** permite aceder a opções que não estão diretamente relacionadas com o processo de titulação. Desde o modo **Em Espera**, no ecrã principal, prima General Options para aceder a este ecrã. Em **Pré-titulação**, **Standby** ou durante uma **Análise** prima a tecla <<Home>> no teclado PS/2 para aceder a este ecrã.



#### 3.1. GUARDAR DADOS PARA UMA PEN USB

Esta opção permite guardar ficheiros do titulador para um dispositivo de armazenamento USB.



No titulador, o tipo de ficheiros disponíveis são:

**Ficheiros de métodos padrão**

HIXXXYY.MTD (por ex.: HI9001EN.MTD, HI9101EN.MTD)

**Ficheiros de métodos do utilizador**

USERXXX.MTD (por ex.: USER0001.MTD)

**Relatórios de Deriva/Titulação**

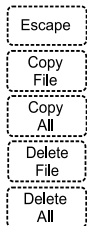
DR\_xxxx.RPT, KF\_xxxx.RPT (por ex.: DR\_00001.RPT, KF\_00001.RPT)

Insira o dispositivo de armazenamento USB na porta USB localizada na lateral direita do Titulador.

Use as teclas << ou >> para seleccionar o tipo de ficheiro. Será apresentado o número de ficheiros e o nome de cada ficheiro.

Utilize as teclas ▲ e ▼ para navegar pela lista.

As teclas de opção permitem as seguintes operações:



Volta ao ecrã **Opções Gerais**.

Copia o ficheiro selecionado do titular para o dispositivo de armazenamento USB.

Copia todos os ficheiros atualmente exibidos no titular para um dispositivo de armazenamento USB.

Apaga o ficheiro selecionado.

Apaga todos os ficheiros atualmente exibidos

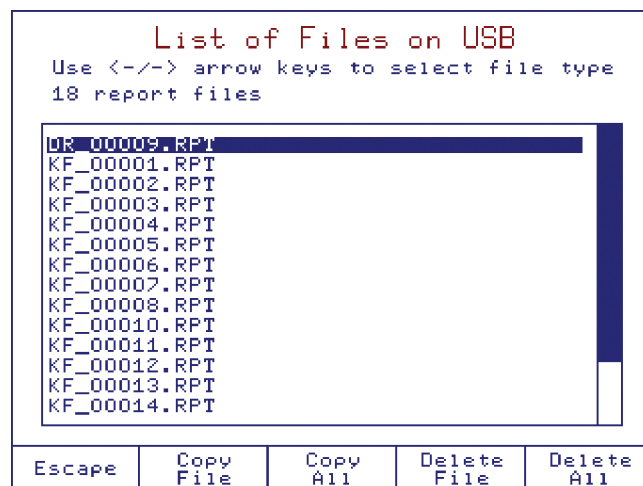
**Nota:** Os ficheiros são guardados na pen USB na pasta **HI934**, como a seguir indicado:

- Métodos: **Pen USB\HI934\Methods\\*.mtd**
- Relatórios: **Pen USB\HI934\Reports\\*.rpt**

**Nota:** O dispositivo de armazenamento USB deve ser formatado em FAT ou FAT32.

### 3.2. RESTAURAR FICHEIROS A PARTIR DE UMA PEN USB

Esta opção permite transferir ficheiros do dispositivo de armazenamento USB para o Titulador.



Os tipos de ficheiro que podem ser transferidos são:

<b>Métodos Padrão</b>	HIXXXYY.MTD (por ex.: HI9001EN.MTD, HI9101EN.MTD)
<b>Métodos do Utilizador</b>	USERXXX.MTD (por ex.: USER0001.MTD)
<b>Relatórios de Deriva/Titulação</b>	DR_XXXX.RPT, KF_XXXX.RPT (por ex.: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT)

Insira o dispositivo de armazenamento USB na porta USB localizada na lateral direita do Titulador.

Use as teclas << ou >> para selecionar o tipo de ficheiro. Será apresentado o número de ficheiros e o nome de cada ficheiro.

Utilize as teclas ▲ e ▼ para navegar pela lista.

As teclas de opção permitem as seguintes operações:



Volta ao ecrã **Opções Gerais**.

Copia o ficheiro selecionado do dispositivo de armazenamento USB para o titular.

Copia todos os ficheiros atualmente apresentados do dispositivo de armazenamento USB para o titular.

Apaga o ficheiro selecionado.

Apaga todos os ficheiros atualmente exibidos

**Nota:** Para restaurar ficheiros a partir de pen USB, assegure-se que os métodos e/ou relatórios que deseja transferir para o titular encontram-se na pasta correta:

- Métodos: **Pen USB\HI934\Methods\\*.mtd**
- Relatórios: **Pen USB\HI934\Reports\\*.rpt**

**Nota:** O dispositivo de armazenamento USB deve ser formatado em FAT ou FAT32.

### 3.3. MODO STANDBY

**Opção: Desativo ou Ativo**

Quando ativa esta opção o titulador retornará ao modo **Standby** automaticamente após a conclusão da titulação.

Standby Mode				
Select the option for standby mode.				
Disabled				
Enabled				
Select	Escape			

### 3.4. DURAÇÃO STANDBY

**Opção: 10 minutos a 72 horas**

O utilizador pode inserir o período de tempo durante o qual a célula é mantida seca e pronta para análise subsequente após o término de uma titulação.

Standby Duration				
Enter time period (at least 10 min.) for which titrator will run in standby mode.				
hours		minutes		
72		00		
Low Limit: 00:10				
High Limit: 72:00				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

## 3.5. LEMBRETE DA TROCA DE REAGENTE

Reagent Exchange Reminder										
Select the option.										
<table border="1"> <tr> <td>Timer:</td> <td>2days, 0hours</td> </tr> <tr> <td>Water Consumption:</td> <td>1000.0 mg</td> </tr> <tr> <td>Reset Reminder</td> <td></td> </tr> </table>					Timer:	2days, 0hours	Water Consumption:	1000.0 mg	Reset Reminder	
Timer:	2days, 0hours									
Water Consumption:	1000.0 mg									
Reset Reminder										
Select	Escape									

## 3.5.1. TEMPORIZADOR DE TROCA DE REAGENTE

**Opção:** Desativo para 31 dias e 23 horas

Após o período de tempo definido será exibida no ecrã uma mensagem de aviso.

Reagent Exchange Timer				
Enter the time allowed to elapse before the reagent exchange reminder appears.				
days		hours		
2		0		
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	Disable

### 3.5.2. CONSUMO DE ÁGUA

Opção: 100.0 a 5000.0 mg

Quando o reagente tiver consumido a quantidade de água definida será exibida no ecrã uma mensagem de aviso.

Water Consumption Reminder				
Enter the water consumption amount after that the reagent exchange reminder will appear.				
1000.0 mg				
Low Limit: 100.0 mg High Limit: 5000.0 mg				
Accept	Escape	Delete Digit		

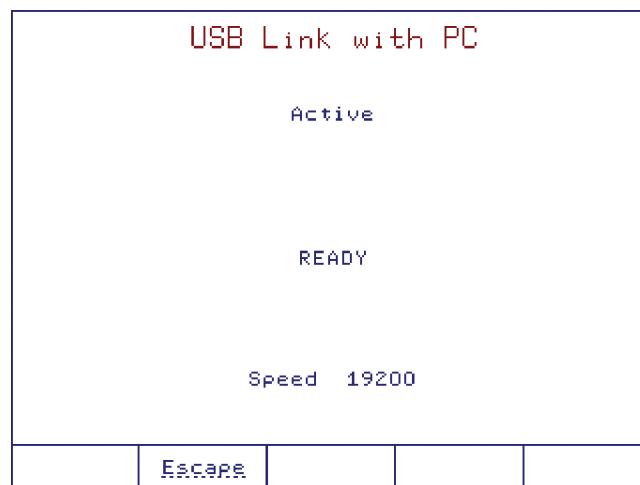
### 3.5.3. RESTAURAR LEMBRETE

O lembrete da troca de reagente será restaurado.

Confirmation of Reset Reminder				
Are you sure you want to reset reagent exchange reminder?				
Reset	Escape			

### 3.6. LIGAÇÃO USB COM O PC

Para utilizar esta função, o cabo USB tem de estar ligado do titulador ao computador. Assegure-se que a aplicação HI900 está a ser executada no computador.



(Ativo/Inativo) indica o estado da ligação USB com o computador.

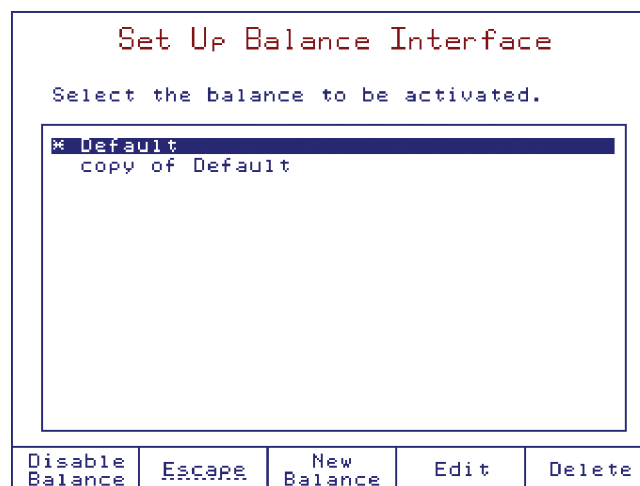
“Ativo” significa que o Titulador está a utilizar a comunicação USB com o computador e não com outro dispositivo.

“Pronto” indica que o Titulador consegue comunicar com o computador.

“A Transmitir” e o estado é mostrado durante a transferência de dados.

### 3.7. CONFIGURAR O INTERFACE PARA BALANÇA

Esta opção permite ao utilizador definir uma balança analítica para a aquisição automática da massa da amostra antes da titulação.



A balança é ligada ao titulador através da interface RS 232.

Enable Balance

Ativa a balança selecionada.

Disable Balance

Desativa a balança selecionada (a aquisição automática de peso não estará disponível).

Escape

Volta ao ecrã **Opções Gerais**.

New Balance

Adiciona uma nova balança à lista.

Edit

Personaliza os parâmetros de comunicação serial para a balança selecionada. O ecrã **Configuração da Balança** é exibido.

Delete

Apaga o balança selecionada.

**Nota:** Pelo menos uma balança deve estar na lista.

As configurações da balança devem corresponder às configurações da sua balança, a configuração do titular ou da balança pode precisar ser alterada. Os utilizadores devem consultar o manual de instruções da sua balança.

Para testar a conexão com a balança prima .

**Balance Configuration**

Select the option to be modified.

Balance Name	Default
Baud Rate	9600
Data Bits	8 Bits
Parity	No Parity
Stop Bit	1 bit
Edit Request Command	B

Select	Escape		Test Balance	
--------	--------	--	-----------------	--

### 3.8. AGITADOR

**Opção: Interno, Externo, Personalizado**

Esta opção permite ao utilizador selecionar um agitador interno, externo ou personalizado (controlado pelo utilizador).

**Stirrer**

Select the option.

Internal
External
Custom

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

### 3.9. MODO DE IMPRESSORA

Opção: Modo Ansi, Ascii e Texto.

Printer Mode							
Select the option.							
<table border="1"> <tr> <td>Ansi</td> </tr> <tr> <td>Ascii</td> </tr> <tr> <td>Text</td> </tr> </table>					Ansi	Ascii	Text
Ansi							
Ascii							
Text							
Select	Escape						

**Ansi** Use este modo quando a impressora está definida como Ansi. Neste caso, todos os caracteres acentuados/símbolos disponíveis no titulado serão impressos na impressora.

**Ascii** Use este modo quando a sua impressora está definida como Ascii. Neste caso, alguns caracteres acentuados/símbolos disponíveis no titulado serão impressos na impressora.

**Texto** Use este modo quando não necessita de imprimir caracteres acentuados.


### 3.10. AJUSTE DA DATA E HORA

Esta opção permite ao utilizador definir a data e a hora.

Use as teclas  e  ou as teclas numéricas para modificar a data e a hora.

Prima  para mover o cursor para o próximo campo.

Prima  ou  para alterar o formato de hora.

Date and Time Setting				
Enter the date.				
 2	10	2018		
day	month	year		
Enter the time.				
20	41	41		
hour	minute	second		
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	AM/PM

### 3.11. DEFINIÇÕES DO ECRÃ

Esta opção permite ao utilizador personalizar as definições do ecrã.

#### Teclas de opção:



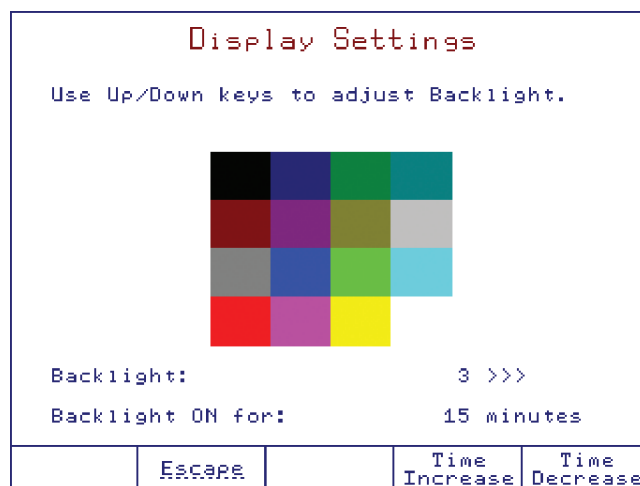
Aumenta o intervalo de tempo da poupança de retroiluminação



Diminui o intervalo de tempo da poupança de retroiluminação

A intensidade da retroiluminação pode ser ajustada usando as teclas e .

Existem 8 níveis de intensidade da retroiluminação, de 0 a 7.



A paleta de cores exibida permite a seleção da intensidade de retroiluminação apropriada.

A opção de poupança de retroiluminação protege o ecrã durante os períodos de inatividade, quando nenhuma tecla é premida durante o período de tempo definido.

Se a retroiluminação está desligada, qualquer premir de tecla a ativará, sem realizar nenhuma ação.

As opções para o temporizador da retroiluminação são entre 1 a 60 minutos. Para desativar a poupança de retroiluminação, aumente o tempo para o máximo permitido, será exibida a mensagem "Off".

### 3.12. SINAL SONORO

Opção: On ou Off (ligado/ desligado)

O sinal sonoro é emitido quando é terminada uma titulação, quando é premida uma tecla inválida ou quando ocorre um erro crítico durante a titulação.

Beeper						
Select the option.						
<table border="1"><tr><td>Beeper Off</td></tr><tr><td>Beeper On</td></tr></table>					Beeper Off	Beeper On
Beeper Off						
Beeper On						
Select	Escape					

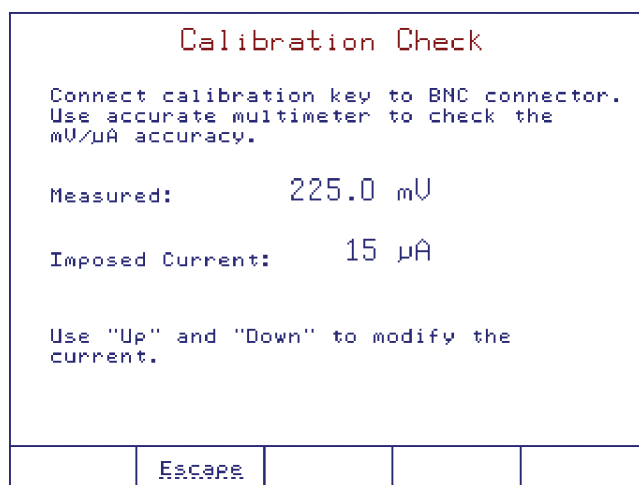
### 3.13. IDIOMA

Opção: Inglês, Espanhol, Português, Francês

Set Language								
Select the language.								
<table border="1"><tr><td>English</td></tr><tr><td>Español</td></tr><tr><td>Português</td></tr><tr><td>Français</td></tr></table>					English	Español	Português	Français
English								
Español								
Português								
Français								
Select	Escape							

### 3.14. VERIFICAÇÃO DA CALIBRAÇÃO

Esta opção permite ao utilizador verificar a entrada mV do eléctrodo e a corrente de polarização do eléctrodo.



A entrada mV do eléctrodo e a corrente de polarização do eléctrodo são medidas com a chave de calibração **HI900941** e um multímetro mV/ $\mu$ A (não incluído).

Desconecte o eléctrodo KF e, em seguida, conecte a chave de calibração **HI900941** à entrada do eléctrodo (conector BNC).

#### Para verificar a entrada mV:

- 1) Configure o multímetro para o modo mV.
- 2) Mude a chave de calibração para o modo mV ao premir o botão vermelho.
- 3) Conecte as fichas banana da chave de calibração à entrada mV do multímetro.
- 4) Use as teclas  $\triangle$  e  $\nabla$  para alterar a corrente imposta (lista predefinida).
- 5) A leitura em milivolts exibida no ecrã do titulador deve encontrar-se dentro de 2% da leitura no multímetro.

#### Para verificar a entrada $\mu$ A:

- 1) Configure o multímetro para o modo  $\mu$ A.
- 2) Mude a chave de calibração para o modo  $\mu$ A ao premir o botão vermelho.
- 3) Conecte as fichas banana da chave de calibração à entrada  $\mu$ A do multímetro.
- 4) A leitura no multímetro deve estar de acordo com o valor de  $\mu$ A prescrito no ecrã do titulador.

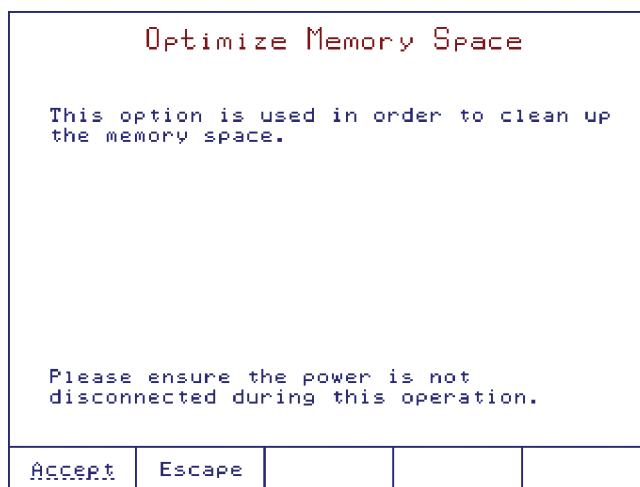
### 3.15. REDEFINIR AS CONFIGURAÇÕES PADRÃO

Isto apaga todos os métodos criados pelo utilizador e repõe as definições do fabricante como a configuração do titular, padrões parâmetros de métodos, etc.



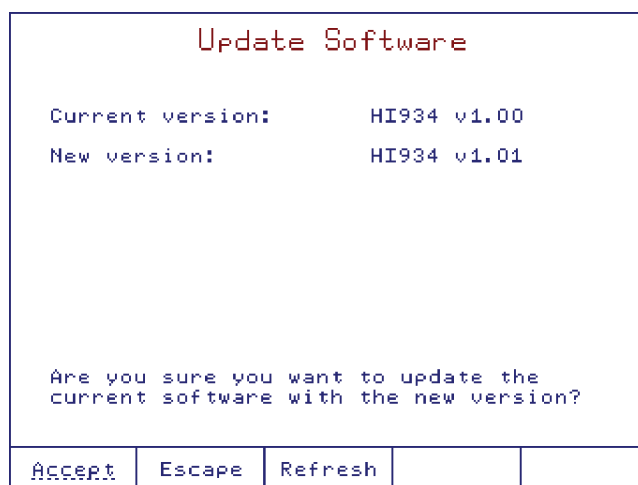
### 3.16. OPTIMIZAÇÃO DO ESPAÇO DE MEMÓRIA

Esta opção permite ao utilizador executar uma desfragmentação da memória de modo a otimizar o espaço de memória. Prima  e reinicie o titular. Durante esta operação por favor não desligue a fonte de alimentação.



### 3.17. ATUALIZAÇÃO DE SOFTWARE

Este ecrã permite ao utilizador atualizar o software do titulado a partir de um dispositivo de armazenamento USB que contenha um kit de instalação de software.



Para atualizar o software:

- Copie a pasta “**Setup934**” para um dispositivo de armazenamento USB.
- Insira a Pen USB na entrada USB do titulado.
- Aceda a **Opções Gerais** e, em seguida **Atualização de Software**. O titulado deve apresentar a atual e a nova versão de software.
- Prima  quando solicitado, remova o dispositivo de armazenamento USB e reinicie o titulado.

## 4. MÉTODOS DE TITULAÇÃO

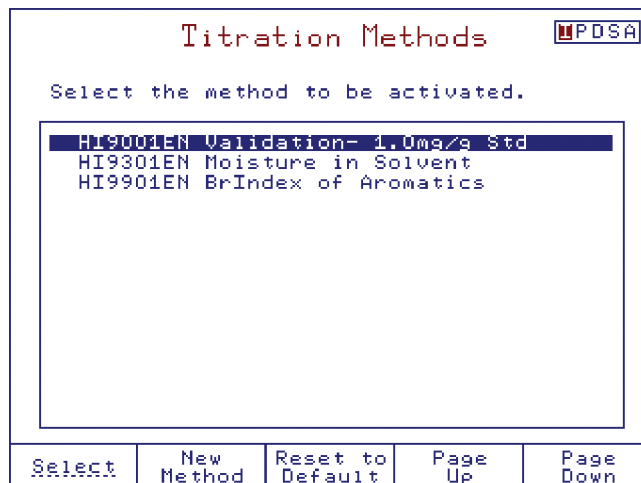
Todos os parâmetros necessários para completar uma análise estão agrupados num método.

O titulador é fornecido com um conjunto de métodos padrão, desenvolvidos pela Hanna Instruments e podem ser utilizados para criar métodos do utilizado.

Os métodos standard e os personalizados podem ser atualizados, guardados ou apagados ligando o titulador a um computador, usando a aplicação para computador **HI900** ou um dispositivo de armazenamento USB.

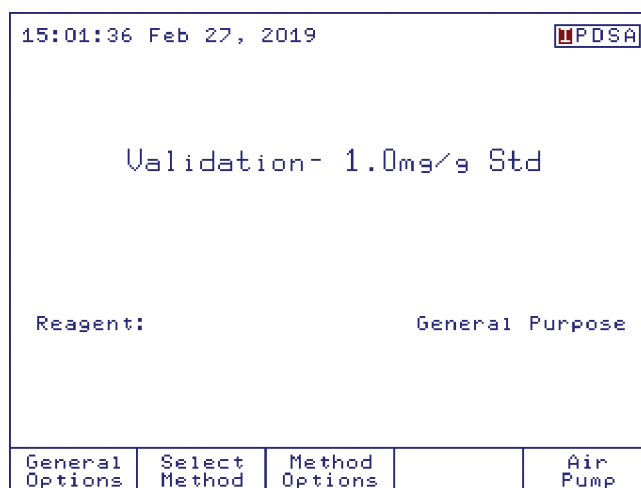
### 4.1. SELECÃO DO MÉTODO

Para selecionar um método, prima  no ecrã principal. Será apresentada uma lista de métodos disponíveis.



No ecrã **Métodos de Titulação** pode ver uma lista de todos os métodos disponíveis (padrão e personalizados pelo utilizador).

Para selecionar um método, seleccione o método e prima  o nome do método selecionado será exibido no ecrã principal.



### 4.2. MÉTODOS PADRÃO

Os métodos padrão são desenvolvidos para os tipos de análise mais comum.

Apenas parâmetros de métodos específicos podem ser modificados pelo utilizador (ver a secção **4.5. OPÇÕES DO MÉTODO**).

Ainda, os métodos padrão podem ser utilizados como modelos para criar novos métodos.

### 4.2.1. ATUALIZAÇÃO DOS MÉTODOS PADRÃO

Para atualizar o titulado com novos métodos padrão, siga os seguintes passos:

#### A partir do dispositivo de armazenamento USB

- 1) Insira o dispositivo de armazenamento USB na porta USB localizada na lateral direita do titulado.
- 2) Prima **General Options** no ecrã principal.
- 3) Usando as teclas **▲** e **▼**, selecione a opção Restaurar do dispositivo de armazenamento USB e escolha **Select**.
- 4) Usando as teclas **<** e **>**, navegue através dos tipos de ficheiros para encontrar "ficheiros de métodos padrão". Será apresentada uma lista dos métodos padrão disponíveis.
- 5) Prima a tecla **Copy File** ou **Copy All** para atualizar o titulado com os métodos padrão.
- 6) Prima **Escape** para voltar ao ecrã **Opções Gerais**.

#### A partir do PC

Utilize a aplicação para computador **HI900** (ver a secção **3. OPÇÕES GERAIS**).

### 4.2.2. APAGAR OS MÉTODOS PADRÃO

Os métodos padrão não necessários podem ser eliminados do titulado seguindo o procedimento indicado a seguir:

#### No ecrã Opções Gerais

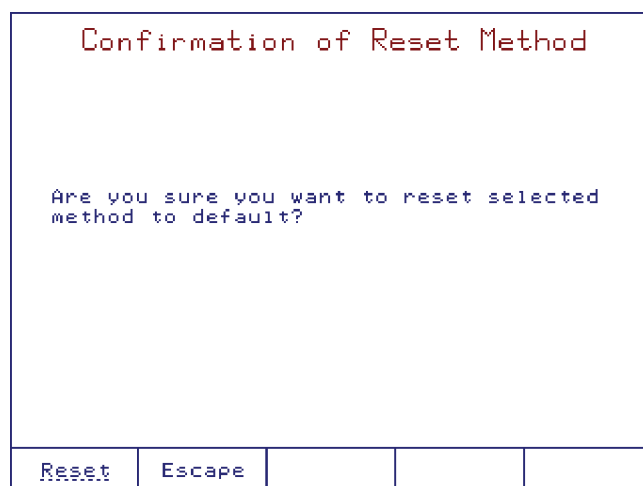
- 1) Usando as teclas **▲** e **▼**, selecione a opção Guardar para USB e prima **Select**.
- 2) Usando as teclas **<** e **>**, navegue através do menu tipos de ficheiros para encontrar "ficheiros de métodos padrão". São apresentados os métodos padrão disponíveis.
- 3) Prima a **Delete** ou **Delete All** para eliminar os métodos padrão não necessários.
- 4) Prima **Escape** para voltar ao ecrã **Opções Gerais**.

#### A partir do PC

Utilize a aplicação para computador **HI900** (ver a secção **3. OPÇÕES GERAIS**).

### 4.2.3. RESTAURAR OS MÉTODOS PADRÃO PARA AS DEFINIÇÕES DE FÁBRICA

Pode restaurar os métodos padrão para as definições predefinidas, ao selecionar um método padrão e premir **Reset to Default**.








### 4.3. MÉTODOS DO UTILIZADOR

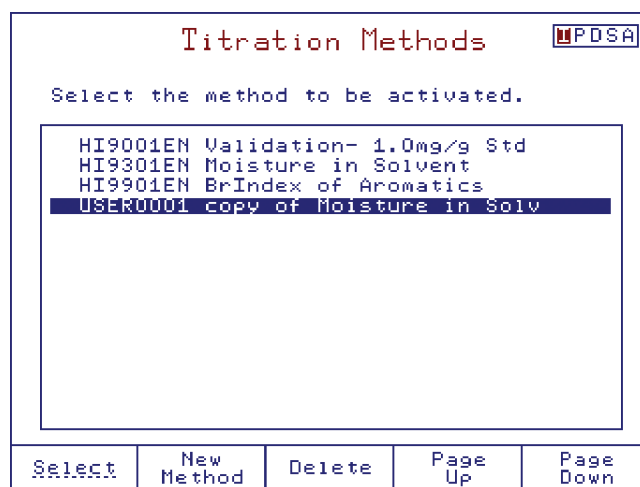
Estes métodos são definidos pelo utilizador (normalmente modificando um método padrão).

Os métodos do utilizador podem ser desenvolvidos de acordo com os requisitos do utilizador. Todos os parâmetros dos métodos podem ser modificados pelo utilizador.

#### 4.3.1. CRIAÇÃO DOS MÉTODOS DO UTILIZADOR





Para criar um novo método do utilizador, comece com um método padrão ou com um previamente criado e siga estes passos:

- 1) Prima  no ecrã principal.
- 2) Utilizando as teclas  e , selecione um dos métodos da lista de métodos.
- 3) Prima  e será gerado um novo método do utilizador.
- 4) Prima  para ativar o método do utilizador recentemente gerado.



**Nota:** O titulador pode guardar até 100 métodos (padrão e definidos pelo utilizador). Quando é alcançado o limite é exibida uma mensagem de aviso.

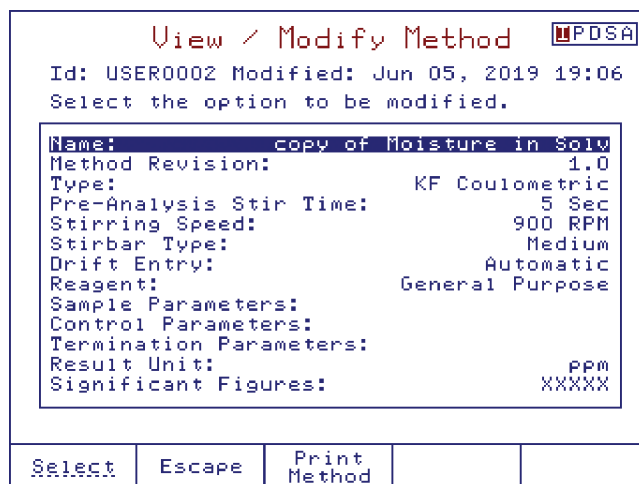
#### 4.3.2. APAGAR MÉTODOS DO UTILIZADOR

Para remover um método do utilizador, prima  no ecrã principal. Selecione o método padrão que pretende apagar e prima . Aparecerá um ecrã para confirmar a eliminação. Prima  novamente para confirmar, ou prima  para cancelar a operação.



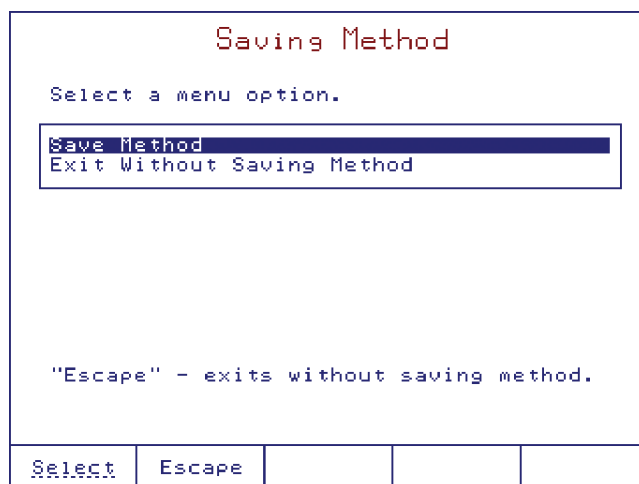
#### 4.4. VER / MODIFICAR MÉTODO

Para modificar os parâmetros dos métodos, prima Method Options no ecrã principal. Será apresentada uma lista de todos os parâmetros para o método selecionado. Prima as teclas ▲ e ▼ para selecionar a opção que pretende modificar e prima Select.



Para sair do ecrã **Ver/Modificar método**, prima Escape e seleccione Guardar Método. Prima Select para guardar as modificações.

Prima Escape para cancelar as alterações.



## 4.5. OPÇÕES DO MÉTODO

**Nota:** Algumas opções não podem ser modificadas caso esteja selecionado um método padrão.

### 4.5.1. NOME DO MÉTODO

Opção: Até 24 caracteres

Method Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ı	İ	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

Moisture in Soil

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

### 4.5.2. REVISÃO DO MÉTODO

Opção: Até 3 caracteres

Method Revision

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. The revision string format is "X.X".

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ı	İ	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

1.0

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

### 4.5.3. TIPO DE MÉTODO

Opção: KF Coulométrico, Índice de Bromo

Method Type						
Choose the method application type.						
<table border="1"> <tr> <td><input checked="" type="checkbox"/> KF Coulometric</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Bromine Index</td> </tr> </table>					<input checked="" type="checkbox"/> KF Coulometric	<input type="checkbox"/> Bromine Index
<input checked="" type="checkbox"/> KF Coulometric						
<input type="checkbox"/> Bromine Index						
Select	Escape					

### 4.5.4. TEMPO DE AGITAÇÃO DE PRÉ-ANÁLISE

Opção: 0 a 1000 segundos

Para evitar resultados errôneos ou endpoints inalcançáveis, ao analisar amostras com solubilidade limitada, a amostra deve ser completamente dissolvida no reagente antes do início de uma titulação.



Após a amostra ter sido adicionada ao recipiente de titulação, o titulador irá agitar pelo período de tempo definido antes que qualquer iodo seja gerado ou o bromo seja consumido.

Pre-Analysis Stir Time						
Enter the initial mixing time prior to the start of the titration.						
<table border="1"> <tr> <td>10</td> <td>seconds</td> </tr> </table>					10	seconds
10	seconds					
Low Limit: 0 seconds						
High Limit: 1000 seconds						
Accept	Escape	Delete Digit				

#### 4.5.5. VELOCIDADE DE AGITAÇÃO

Opção: 200 a 2000 RPM

Stirring Speed				
Enter the speed of the stirrer during the titration.				
500 RPM				
Low Limit: 200 RPM High Limit: 2000 RPM				
Accept	Escape	Delete Digit		

O agitador permanecerá ligado enquanto o método estiver ativo. Quando o agitador está em funcionamento, a velocidade pode ser ajustada a qualquer momento usando as teclas  e .

#### 4.5.6. TIPO DE AGITADOR

Opção: Até 10 caracteres

Stirbar Type												
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the stirbar type.												
■	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
A	A	A	A	D	E	E	E	I	I	N	O	O
ó	ó	ó	ó	á	á	á	á	é	é	é	é	i
i	i	ñ	ó	ó	ó	ó	ó	ú	ú	ú	ú	z
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	^	'	:						
Medium												
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right								

#### 4.5.7. ENTRADA DE DERIVA

Opção: Automática ou definida pelo Utilizador

Drift Entry				
Choose the drift entry mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">           Automatic            User         </div>				
Select	Escape			

**Automática** A taxa de deriva será calculada automaticamente após a pré-titulação do reagente.

**Utilizador** A deriva é definido para um valor fixo (inserido pelo utilizador). O utilizador insere o valor estimado do valor de deriva. A etapa de Análise de Deriva será ignorada.

User Drift Value				
Enter the background drift value for final result correction.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">8.0</div> $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 10.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

#### 4.5.8. NOME DO REAGENTE

Opção: Até 15 caracteres

Reagent Name				
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.				
<pre>           [B] B C D E F G H I J K L M           N O P Q R S T U V W X Y Z           a b c d e f g h i j k l m           n o p q r s t u v w x y z           À Á Â Ã Ä Å Æ Ç È É Ê Ë Ì Í Î Ï Ñ Ò Ó           Ô Õ Ö Ù Ú Û Ü Ý Þ à á â ã ç è é ê ë           ì í î ï ð ó ô õ ö ù ú û ü ý ÿ ÿ           0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % # \$           . , ? ! ( ) [ ] &lt; &gt; = + -           * / \ _ ` ^ ' :           </pre>				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">General Purpose</div>				
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right

#### 4.5.9. PARÂMETROS DA AMOSTRA

Este ecrã permite ao utilizador configurar os parâmetros para a amostra a analisar.

Sample Parameters				
Select the option to be modified.				
Sample Determ.:	Normal			
Sample Name:	Default Sample			
Sample Type:	Mass			
Sample Size:	0.7500 g			
Select	Escape			

##### 4.5.9.1. DETERMINAÇÃO DA AMOSTRA

Opção: Normal, Extração externa, Dissolução Externa

Sample Determination				
Select the sample determination mode.				
Normal				
External Extraction				
External Dissolution				
Select	Escape			

#### Normal

A análise é realizada pela titulação direta de amostras líquidas solúveis no solvente e com a distribuição homogênea na água.

#### Extração externa

A amostra é insolúvel no reagente e é necessária uma extração externa de água.

#### Dissolução Externa

A amostra tem um teor de água muito alto, distribuição de água não homogênea ou é lenta para dissolver. A amostra é dissolvida num recipiente separado e, em seguida, é titulada uma pequena quantidade do reagente.

Veja a secção **8. OTIMIZAÇÃO DE MÉTODOS** para mais detalhes.

## 4.5.9.1.1. NORMAL

Sample Parameters												
Select the option to be modified.												
<table border="1"> <tr> <td>Sample Determin.:</td> <td>Normal</td> </tr> <tr> <td>Sample Name:</td> <td>Default Sample</td> </tr> <tr> <td>Sample Type:</td> <td>Mass</td> </tr> <tr> <td>Sample Size:</td> <td>0.7500 g</td> </tr> </table>					Sample Determin.:	Normal	Sample Name:	Default Sample	Sample Type:	Mass	Sample Size:	0.7500 g
Sample Determin.:	Normal											
Sample Name:	Default Sample											
Sample Type:	Mass											
Sample Size:	0.7500 g											
Select	Escape											

Nome da Amostra

Opção: Até 15 caracteres

Sample Name					
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.					
<pre> M B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v w x y z À Á Â Ã Ä Å Æ Ç È É Ê Ë Ì Í Î Ï Ñ Ò Ó ô õ ö ø ù ú û ü ý ÿ ÿ 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 / # % . , ? ! ( ) [ ] &lt; &gt; = + - * / \ _ @ ^ ` : </pre>					
<table border="1"> <tr> <td>Default Sample</td> </tr> </table>					Default Sample
Default Sample					
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right	

Tipo de Amostra

Opção: Massa ou Volume

Sample Type						
Choose the sample amount type.						
<table border="1"> <tr> <td>Mass</td> </tr> <tr> <td>Volume</td> </tr> </table>					Mass	Volume
Mass						
Volume						
Select	Escape					

## Tamanho da amostra

Opção: 0.0010 a 100.0000 g ou 0.0010 a 100.0000 mL

<b>Sample Size</b>				
Enter the sample size in current unit.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">1.0000</div> g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

<b>Sample Size</b>				
Enter the sample size in current unit.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">1.0000</div> mL				
Low Limit: 0.0010 mL High Limit: 100.0000 mL				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

## Densidade da Amostra (apenas por volume)

Opção: 0.200 a 3.000 g/mL

<b>Sample Density</b>				
Enter the value of sample density.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">1.000</div> g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL High Limit: 3.000 g/mL				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

## 4.5.9.1.2. EXTRAÇÃO EXTERNA

Sample Parameters																																		
Select the option to be modified.																																		
<table border="1"> <tr> <td>Sample Determ.:</td> <td colspan="4">External Extraction</td> </tr> <tr> <td>Sample Name:</td> <td colspan="4">Default Sample</td> </tr> <tr> <td>Sample Size:</td> <td colspan="4">1.0000 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Size:</td> <td colspan="4">0.2500 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Conc.:</td> <td colspan="4">10.0000 mg/g</td> </tr> <tr> <td>Extracted Sample Size:</td> <td colspan="4">0.2500 g</td> </tr> </table>					Sample Determ.:	External Extraction				Sample Name:	Default Sample				Sample Size:	1.0000 g				External Solvent Size:	0.2500 g				External Solvent Conc.:	10.0000 mg/g				Extracted Sample Size:	0.2500 g			
Sample Determ.:	External Extraction																																	
Sample Name:	Default Sample																																	
Sample Size:	1.0000 g																																	
External Solvent Size:	0.2500 g																																	
External Solvent Conc.:	10.0000 mg/g																																	
Extracted Sample Size:	0.2500 g																																	
Select	Escape																																	

Nome da Amostra

Opção: Até 15 caracteres

Sample Name																																																																																																																																																												
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.																																																																																																																																																												
<table border="1"> <tr> <td>█</td> <td>B</td> <td>C</td> <td>D</td> <td>E</td> <td>F</td> <td>G</td> <td>H</td> <td>I</td> <td>J</td> <td>K</td> <td>L</td> <td>M</td> </tr> <tr> <td></td> <td>N</td> <td>O</td> <td>P</td> <td>Q</td> <td>R</td> <td>S</td> <td>T</td> <td>U</td> <td>V</td> <td>W</td> <td>X</td> <td>Y</td> <td>Z</td> </tr> <tr> <td></td> <td>a</td> <td>b</td> <td>c</td> <td>d</td> <td>e</td> <td>f</td> <td>g</td> <td>h</td> <td>i</td> <td>j</td> <td>k</td> <td>l</td> <td>m</td> </tr> <tr> <td></td> <td>n</td> <td>o</td> <td>p</td> <td>q</td> <td>r</td> <td>s</td> <td>t</td> <td>u</td> <td>v</td> <td>w</td> <td>x</td> <td>y</td> <td>z</td> </tr> <tr> <td></td> <td>À</td> <td>Á</td> <td>Â</td> <td>Ã</td> <td>Ç</td> <td>È</td> <td>É</td> <td>Ê</td> <td>Ë</td> <td>Ì</td> <td>Í</td> <td>Î</td> <td>Ï</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Ò</td> <td>Ó</td> <td>Ô</td> <td>Õ</td> <td>à</td> <td>á</td> <td>â</td> <td>ã</td> <td>ç</td> <td>è</td> <td>é</td> <td>ê</td> <td>ë</td> </tr> <tr> <td></td> <td>ì</td> <td>í</td> <td>î</td> <td>ï</td> <td>ò</td> <td>ó</td> <td>ô</td> <td>õ</td> <td>ù</td> <td>ú</td> <td>û</td> <td>ü</td> <td>ï</td> </tr> <tr> <td></td> <td>0</td> <td>1</td> <td>2</td> <td>3</td> <td>4</td> <td>5</td> <td>6</td> <td>7</td> <td>8</td> <td>9</td> <td>/</td> <td>#</td> <td>\$</td> </tr> <tr> <td></td> <td>*</td> <td>,</td> <td>?</td> <td>!</td> <td>(</td> <td>)</td> <td>[</td> <td>]</td> <td>&lt;</td> <td>&gt;</td> <td>=</td> <td>+</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td></td> <td>*</td> <td>/</td> <td>\</td> <td>_</td> <td>~</td> <td>^</td> <td>'</td> <td>:</td> <td colspan="5"></td> </tr> <tr> <td colspan="13">█ Default Sample</td> </tr> </table>					█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M		N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z		a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m		n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z		À	Á	Â	Ã	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï		Ò	Ó	Ô	Õ	à	á	â	ã	ç	è	é	ê	ë		ì	í	î	ï	ò	ó	ô	õ	ù	ú	û	ü	ï		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	/	#	\$		*	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-		*	/	\	_	~	^	'	:						█ Default Sample												
█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M																																																																																																																																																
	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z																																																																																																																																															
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m																																																																																																																																															
	n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z																																																																																																																																															
	À	Á	Â	Ã	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï																																																																																																																																															
	Ò	Ó	Ô	Õ	à	á	â	ã	ç	è	é	ê	ë																																																																																																																																															
	ì	í	î	ï	ò	ó	ô	õ	ù	ú	û	ü	ï																																																																																																																																															
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	/	#	\$																																																																																																																																															
	*	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-																																																																																																																																															
	*	/	\	_	~	^	'	:																																																																																																																																																				
█ Default Sample																																																																																																																																																												
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right																																																																																																																																																								

Dimensão da amostra

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

Sample Size																			
Enter the sample size in current unit.																			
<table border="1"> <tr> <td colspan="5">█ 0.2500 g</td> </tr> <tr> <td colspan="5">Low Limit: 0.0010 g</td> </tr> <tr> <td colspan="5">High Limit: 100.0000 g</td> </tr> </table>					█ 0.2500 g					Low Limit: 0.0010 g					High Limit: 100.0000 g				
█ 0.2500 g																			
Low Limit: 0.0010 g																			
High Limit: 100.0000 g																			
Accept	Escape	Delete Digit																	

Dimensão do solvente externo

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

External Solvent Size				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

Concentração do solvente externo

Opção: 1.0 a 1000000.0 ppm

External Solvent Concentration				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
100000.0 ppm				
Low Limit: 1.0 ppm High Limit: 1000000.0 ppm				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

Dimensão da Amostra Extraída

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

Extracted Sample Size				
Enter the extracted sample size used to prepare the supernatant.				
1.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

## 4.5.9.1.3. DISSOLUÇÃO EXTERNA

**Sample Parameters**

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Default Sample
Sample Size:	1.0000 g
External Solvent Size:	0.2500 g
External Solvent Conc.:	10.0000 mg/g
Dissolved Sample Size:	0.2500 g

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Nome da Amostra

Opção: Até 15 caracteres

**Sample Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.

█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	
	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
	n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
	À	Á	Â	Ã	Ç	È	É	Ê	Ë	Ï	Ñ	Ó	Ô
	Ò	Õ	Ö	Ù	à	á	â	ã	ç	è	é	ê	ë
	ì	í	î	ï	ò	ó	ô	õ	ù	ú	û	ü	í
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	/	#	\$
	*	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
	*	/	\	_	~	^	'	:					

█ Default Sample

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

Tamanho da amostra

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

**Sample Size**

Enter the sample size in current unit.

█ 0.2500 g

Low Limit: 0.0010 g  
High Limit: 100.0000 g

Accept	Escape	Delete Digit		
--------	--------	--------------	--	--

## Tamanho do solvente externo

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

External Solvent Size				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

## Concentração do solvente externo

Opção: 0.0100 a 100.0000 %

External Solvent Concentration				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
0.0100 %				
Low Limit: 0.0100 % High Limit: 100.0000 %				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

## Dimensão da Amostra Dissolvida

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

Dissoluted Sample Size				
Enter the dissolved sample size used to prepare the supernatant.				
1.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

#### 4.5.10. PARÂMETROS DE CONTROLE

O utilizador pode aceder e editar os parâmetros relacionados com a titulação.

Control Parameters														
Select the option to be modified.														
<table border="1"> <tr> <td>Titration Speed:</td> <td>Auto</td> </tr> <tr> <td>Imposed Current:</td> <td>2 <math>\mu</math>A</td> </tr> <tr> <td>End Point Value:</td> <td>100.0 mV</td> </tr> <tr> <td>Generator Current Mode:</td> <td>Auto</td> </tr> <tr> <td>Signal Averaging:</td> <td>2 Readings</td> </tr> </table>					Titration Speed:	Auto	Imposed Current:	2 $\mu$ A	End Point Value:	100.0 mV	Generator Current Mode:	Auto	Signal Averaging:	2 Readings
Titration Speed:	Auto													
Imposed Current:	2 $\mu$ A													
End Point Value:	100.0 mV													
Generator Current Mode:	Auto													
Signal Averaging:	2 Readings													
Select	Escape													

##### 4.5.10.1. VELOCIDADE DA TITULAÇÃO

Opção: Lento, Normal, Rápido, Auto

Titration Speed								
Select the titration speed.								
<table border="1"> <tr> <td>Slow</td> </tr> <tr> <td>Normal</td> </tr> <tr> <td>Fast</td> </tr> <tr> <td>Auto</td> </tr> </table>					Slow	Normal	Fast	Auto
Slow								
Normal								
Fast								
Auto								
Select	Escape							

##### 4.5.10.2. CORRENTE IMPOSTA

Opção: 1  $\mu$ A, 2  $\mu$ A, 5  $\mu$ A, 10  $\mu$ A

Use as teclas  $\triangle$  e  $\nabla$  para seleccionar a corrente de polarização do eléctrodo da lista predefinida.

Imposed Current								
Choose the imposed current value in $\mu$ A.								
<table border="1"> <tr> <td>1 <math>\mu</math>A</td> </tr> <tr> <td>2 <math>\mu</math>A</td> </tr> <tr> <td>5 <math>\mu</math>A</td> </tr> <tr> <td>10 <math>\mu</math>A</td> </tr> </table>					1 $\mu$ A	2 $\mu$ A	5 $\mu$ A	10 $\mu$ A
1 $\mu$ A								
2 $\mu$ A								
5 $\mu$ A								
10 $\mu$ A								
Select	Escape							

**Nota:** As correntes de polarização mais altas irão acelerar a contaminação do eléctrodo e potencialmente degradar as amostras.

## 4.5.10.3. VALOR DO END POINT

Opção: 5.0 a 600.0 mV

Use o teclado numérico para inserir o valor mV no qual o endpoint da titulação foi alcançado.

Este valor também é usado para determinar quando a pré-titulação está completa.

End Point Value				
Enter the potential value representing the end point of the titration.				
100.0 mV				
Low Limit: 5.0 mV High Limit: 600.0 mV				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.11. PARÂMETROS DE FINALIZAÇÃO

Este ecrã permite ao utilizador definir os parâmetros de controle relacionados com a finalização da titulação.

Termination Parameters												
Select the option to be modified.												
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Maximum Duration:</td> <td>1200 sec</td> </tr> <tr> <td>Maximum Water Titrated:</td> <td>20.000 mg</td> </tr> <tr> <td>Termination Criterion:</td> <td>Relative Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift:</td> <td>5.0 µg/min</td> </tr> </tbody> </table>					Maximum Duration:	1200 sec	Maximum Water Titrated:	20.000 mg	Termination Criterion:	Relative Drift	Relative Drift:	5.0 µg/min
Maximum Duration:	1200 sec											
Maximum Water Titrated:	20.000 mg											
Termination Criterion:	Relative Drift											
Relative Drift:	5.0 µg/min											
Select	Escape											

#### 4.5.11.1. DURAÇÃO MÁXIMA

##### Opção: 10 a 3600 segundos

Se o endpoint da titulação não for alcançado, a titulação será finalizada após a duração máxima. A mensagem de erro "Valor Fora de Gama" aparecerá no ecrã.

<b>Maximum Duration</b>				
Enter the time period after the titration is automatically stopped.				
<b>1200</b> seconds				
Low Limit: 10 seconds High Limit: 3600 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

#### 4.5.11.2. ÁGUA MÁXIMA TITULADA

##### Opção: 0.1 a 100.0 mg

A água máxima reagida durante a titulação deve ser ajustada de acordo com a análise.

Se o endpoint da titulação não for alcançado, a titulação será finalizada após a reação máxima da água titulada. A mensagem de erro "Limites excedidos" aparecerá no ecrã.

<b>Maximum Water Titrated</b>				
Enter the maximum water amount to be titrated.				
<b>20.000</b> mg				
Low Limit: 0.1 mg High Limit: 100.0 mg				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.11.3. CRITÉRIO DE FINALIZAÇÃO

Opção: End Point mV, Deriva Absoluta, Deriva Relativa

Termination Criterion							
Select titration termination criterion.							
<table border="1"> <tr> <td>mV End Point</td> </tr> <tr> <td>Absolute Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift</td> </tr> </table>					mV End Point	Absolute Drift	Relative Drift
mV End Point							
Absolute Drift							
Relative Drift							
Select	Escape						

**End Point mV** A titulação é finalizada quando o potencial permanecer abaixo do valor do endpoint definido para um período de tempo específico.

**Deriva Absoluta** A titulação é finalizada quando a deriva real é menor que o valor de deriva absoluta predefinido.

**Deriva Relativa** A titulação é finalizada quando o deriva real é menor que a soma da deriva inicial e a deriva relativa predefinido.

## 4.5.11.4. TEMPO DE ESTABILIDADE DO END POINT

Opção: 1 a 30 segundos

O potencial deve permanecer abaixo do valor do endpoint definido para um período de tempo específico.

End Point Stability Time						
Enter the time period necessary to validate the titration end point.						
<table border="1"> <tr> <td>4</td> <td>seconds</td> </tr> </table>					4	seconds
4	seconds					
Low Limit: 1 seconds						
High Limit: 30 seconds						
Accept	Escape	Delete Digit				

## 4.5.11.5. DERIVA ABSOLUTA

Opção: 0.0 a 40.0  $\mu\text{g}/\text{min}$ 

Absolute Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.11.6. DERIVA RELATIVA

Opção: 0.0 a 40.0  $\mu\text{g}/\text{min}$ 

Relative Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.12. UNIDADES DO RESULTADO

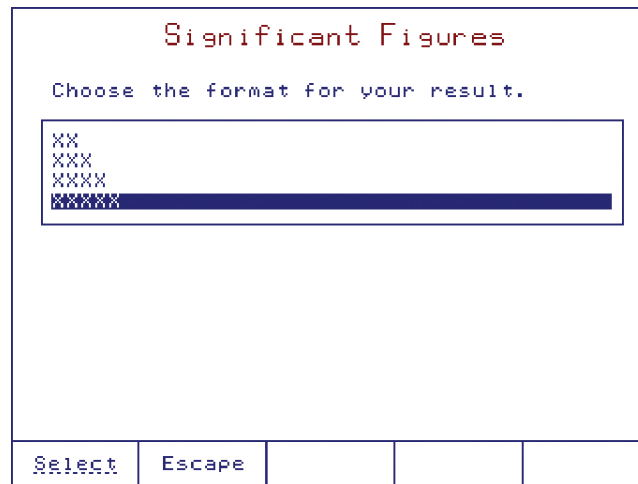
Opção: %, ppm, mg/g,  $\mu\text{g}/\text{g}$ , mg,  $\mu\text{g}$ , mg/mL,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 

Result Unit												
Select the unit for your results.												
<table border="1"> <tbody> <tr><td>%</td></tr> <tr><td>ppm</td></tr> <tr><td>mg/g</td></tr> <tr><td><math>\mu\text{g}/\text{g}</math></td></tr> <tr><td>mg</td></tr> <tr><td><math>\mu\text{g}</math></td></tr> <tr><td>mg/mL</td></tr> <tr><td><math>\mu\text{g}/\text{mL}</math></td></tr> </tbody> </table>					%	ppm	mg/g	$\mu\text{g}/\text{g}$	mg	$\mu\text{g}$	mg/mL	$\mu\text{g}/\text{mL}$
%												
ppm												
mg/g												
$\mu\text{g}/\text{g}$												
mg												
$\mu\text{g}$												
mg/mL												
$\mu\text{g}/\text{mL}$												
Select	Escape											

#### 4.5.13. ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

Opção: Dois (XX), Três (XXX), Quatro (XXXX), Cinco (XXXXX)

Esta operação permite definir o formato para apresentar o resultado de titulação final.



#### 4.6. IMPRESSÃO

Para imprimir os parâmetros de métodos, prima  no ecrã principal.

Prima  e aguarde alguns segundos, até a impressora concluir o trabalho.

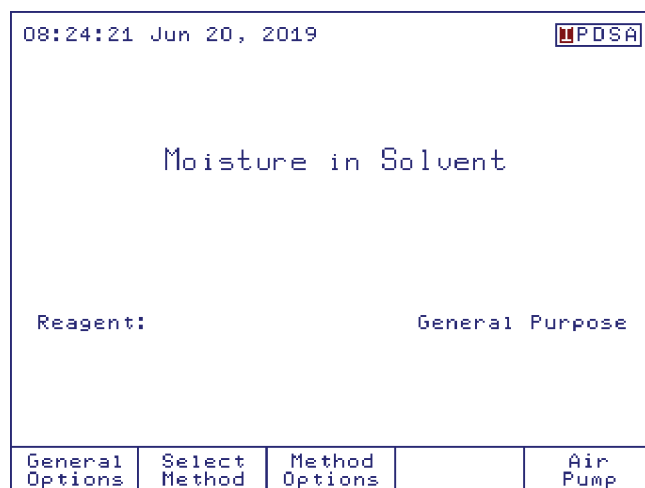
Se não estiver ligada nenhuma impressora na respetiva ficha ou se a impressora estiver desligada, aparece uma mensagem de erro no ecrã (consulte a seção [7.5. PERIFÉRICOS](#), para detalhes como ligar uma impressora ao titulador).

## 5. MODO DE TITULAÇÃO

### 5.1. MODO EM ESPERA

Quando é ligado, o titulador entra no modo **Em Espera**. Desde o modo **Em Espera** o utilizador pode aceder a todas as opções e configurações de software do **HI934**. O que inclui todos os parâmetros de método ajustáveis pelo utilizador, sistema de manuseamento de reagente, transferências de arquivos, verificações de calibração, atualizações de software, opções para interface com PC e acessórios, bem como opções de bureta.

Prima a tecla  para iniciar o modo **Pré-Titulação**.



A titulação é realizada com o método selecionado.

Certifique-se de que o método selecionado é personalizado de acordo com as especificidades da aplicação.

Antes de realizar uma titulação certifique-se que as seguintes condições são satisfeitas:

- Todos os sistemas encontram-se devidamente montados.
- O recipiente apresenta a quantidade correta de reagente (entre as marcas min e max) para uma melhor reprodutibilidade.

As seguintes etapas intermediárias são realizadas automaticamente antes de iniciar a titulação:

- **Pré-titulação do reagente**
- **Análise de Deriva** (Entrada Automática de Deriva apenas)

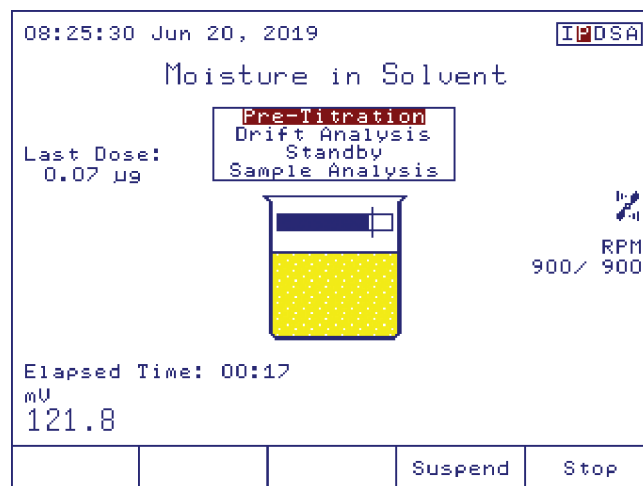
Assim que terminada a análise de Deriva, o titulador entra em modo **Standby** e poderá iniciar uma titulação.

## 5.2. PRÉ-TITULAÇÃO

Na pré-titulação, a água residual na superfície interior do recipiente de titulação, a água contida no ar retido e a pequena quantidade de água do reagente são eliminadas.

O HI934 gera iodo electroliticamente dentro do recipiente de titulação para reagir com a água residual. Após a estabilização do potencial do eléctrodo, o titulador segue para a **Análise de Deriva**.

Quando a pré-titulação é iniciada, o agitador é ligado automaticamente e o utilizador não pode alterar o método seleccionado ou aceder aos parâmetros do método.



**Nota:** Se a pré-titulação durar mais de 30 minutos, o titulador muda para o modo **Em Espera**, poderão ter ocorrido erros no sistema de titulação (o recipiente não está devidamente vedado, reagente errado ou ausente, eléctrodo desconectado ou com defeito, etc.). Verifique o sistema e volte a iniciar a Pré-Titulação.

## 5.3. ANÁLISE DE DERIVA (ENTRADA AUTOMÁTICA DE DERIVA APENAS)

Em **Análise de Deriva** o HI934 realiza uma análise de um minuto que determina a quantidade de humidade que escorre da atmosfera para a célula.. Apesar do recipiente de titulação estar bem vedado, a água ainda penetrará na célula. A quantidade de água que migra para a célula por unidade de tempo é conhecida como taxa de deriva background ou taxa de deriva.

A taxa de Deriva é determinada mantendo o controle do número de doses muito pequenas e sucessivas de titulante necessárias para manter a "secura" do reagente ao longo de um minuto. A taxa na qual a água escorre para a célula é então calculada e reportada pelo HI934 em unidades de  $\mu\text{g}/\text{min}$ .



## 5.5. ANÁLISE DA AMOSTRA

Enquanto em **Standby**, prima Sample Analysis para iniciar uma titulação.

**Nota:** Se o valor de Deriva for zero, uma mensagem de aviso será exibida para informar o utilizador que o reagente pode estar titulado em excesso.

O utilizador pode optar por continuar a titulação premindo Continue ou voltar ao modo **Standby** premindo Escape de modo a aguardar até que se estabilize a Deriva num valor maior.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc.	1.000	%		
Sample Size	0.2145	g		
Optimal Limits				
Low Limit:	0.15	g		
High Limit:	0.35	g		
Press <Start Analysis> to start the sample analysis.				
Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next	Balance

Se necessário, atualize a concentração estimada. Este valor é usado para determinar o volume da pré-titulação. Os limites “ótimos” serão atualizados com base nesse valor.

Siga os passos abaixo indicados para adicionar a amostra ao recipiente de Titulação e determinar a dimensão da amostra.

### 5.5.1. DIMENSÃO DA AMOSTRADA AMOSTRA

#### 5.5.1.1. INTRODUÇÃO MANUAL

- 1) Anexar uma agulha longa (aproximadamente 15.5 centímetros para melhor controlo) a uma seringa grande o suficiente para conter pelo menos uma amostra completa. Para adição volumétrica, use uma seringa de precisão/ volume.
- 2) Enxague a seringa e a agulha com a amostra várias vezes, retirando uma pequena porção da amostra, estendendo totalmente o êmbolo, agitando para revestir o interior da seringa e expelindo a amostra para um recipiente de recolha de resíduos. Para amostras com baixo teor de água (menos de 200 ppm), o enxaguamento final da seringa não deve incluir a entrada de ar – a humidade do ar pode contaminar significativamente a amostra.
- 3) Dispense amostra suficiente na seringa para pelo menos uma titulação.
- 4) Seque a parte externa da agulha com um pano ou tecido livre de pelos.
- 5) Para amostras por massa, coloque a seringa com agulha cheia numa balança analítica. Efetue a tara da balança (técnica de pesagem inversa).
- 6) Insira a agulha através do septo na porta de amostra. Empurre a seringa através do septo até que a ponta da agulha esteja aproximadamente a 1 cm da superfície do reagente.
- 7) Dispense constantemente a quantidade apropriada de amostra, garantindo que a amostra seja introduzida diretamente no reagente e não salte para as paredes do recipiente de titulação ou elétrodos.
- 8) Aspire uma pequena quantidade de ar de dentro da célula para a seringa de modo a garantir que nenhuma gota de amostra permaneça na ponteira da agulha.
- 9) Remova a seringa e a agulha do septo, assegurando-se que a agulha não toca no solvente ou em outros componentes internos da célula.
- 10) Calcule a massa da amostra adicionada à célula de titulação (subtraia a massa da seringa após a amostra ter sido adicionada da massa da seringa antes da adição da amostra).

11) Insira a massa calculada da amostra no **HI934**

### 5.5.1.2. AQUISIÇÃO AUTOMÁTICA DE MASSA DA BALANÇA ANALÍTICA (DIMENSÃO DA AMOSTRA POR MASSA, APENAS)

A dimensão da amostra pode ser adquirida automaticamente da balança quando conectada ao titulador usando o interface RS 232

<b>Sample Weighing</b>				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: -----				
Put weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
Accept	Escape		Balance Setup	

### 5.5.2. PROCEDIMENTO

- 1) Coloque a seringa que contem a amostra na balança.
- 2) Aguarde até que a leitura estabilize e prima .
- 3) Adicione a amostra ao recipiente de titulação.
- 4) Coloque a seringa vazia na balança.

<b>Sample Weighing</b>				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: 0.0157 g				
Put empty weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
Accept	Escape		Balance Setup	

- 5) Aguarde até que a leitura estabilize e prima .

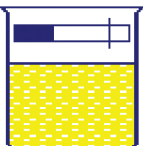
O titulador volta ao ecrã anterior e a dimensão da amostra é atualizada automaticamente.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc.	1.000	×		
Sample Size	0.2623	g		
Optimal Limits				
Low Limit:	0.15 g			
High Limit:	0.35 g			
Press <Start Analysis> to start the sample analysis.				
Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next	

Prima  para iniciar a análise.

**Nota:** O utilizador deve certificar-se de que a balança e o titulador estão configurados corretamente e a opção da balança está ativada (consulte a seção [3.7. CONFIGURAR O INTERFACE PARA BALANÇA](#)).

### 5.5.3. ANÁLISE DA AMOSTRA

08:48:10 Jun 20, 2019		KF-00025	IPDS				
Moisture in Solvent							
<table border="1"> <tr> <td>Pre-Titration</td> </tr> <tr> <td>Drift Analysis</td> </tr> <tr> <td>Standby</td> </tr> <tr> <td>Sample Analysis</td> </tr> </table>				Pre-Titration	Drift Analysis	Standby	Sample Analysis
Pre-Titration							
Drift Analysis							
Standby							
Sample Analysis							
Last Dose:	1.49 µg						
Titrated Water:	136.1 µg						
Initial Drift:	3.9 µg/min						
							
		RPM	900/ 900				
Elapsed Time:	01:09						
mU	429.5	Drift	[µg/min]				
	0.53821 mg/g		----				
View Graph		Suspend	Stop				

Prima tecla  para interromper a titulação e voltar ao modo **Em Espera**.


Prima  para interromper a titulação e voltar ao modo **Standby**.

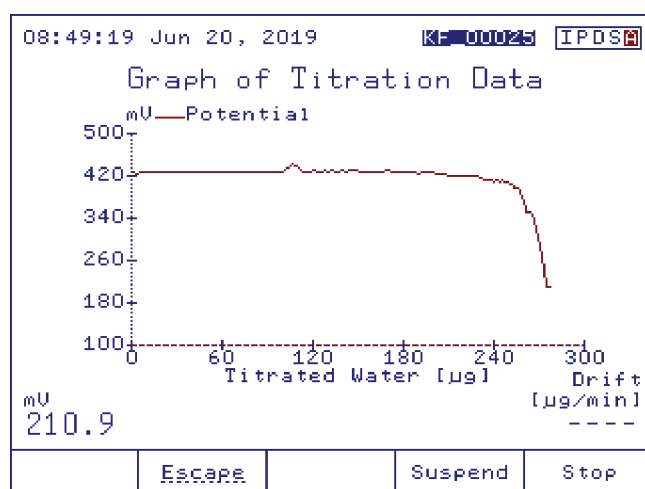
### 5.5.4. SUSPENSÃO DA TITULAÇÃO

Enquanto a titulação está a ser processada, pode-a parar temporariamente, premindo . O gerador deixará de produzir iodo.

Para continuar a titulação, prima .

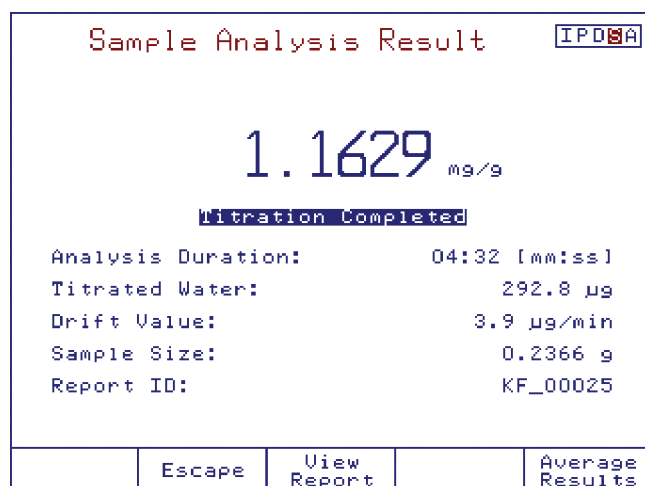
### 5.5.5. VISUALIZAR A CURVA DE TITULAÇÃO

Durante a titulação, a curva da titulação pode ser exibida no ecrã do **Gráfico de titulação** ao premir . O relatório de ID de Titulação é também apresentado ao lado da janela do gráfico.



### 5.5.6. RESULTADOS

Quando é alcançado o endpoint, a titulação é finalizada e é exibido o seguinte ecrã.



Este ecrã exibe informação relativa à titulação (duração, valor de Deriva usado para compensação, dimensão da amostra, ID do relatório de titulação).

Prima  para consultar o relatório de titulação.

Review Result			
KF_00025.RPT			
HI934 - Titration Report			
Method Name:	Moisture in Solvent		
Time & Date:	08:47 Jun 20, 2019		
Titration ID:	KF_00025		
Nr	TitrWater[ug]	mV	Time
0	0.0	426.1	00:00:00
1	0.0	427.3	00:00:01
2	1.5	426.4	00:00:02
3	3.0	425.3	00:00:03
4	4.5	425.3	00:00:04
5	6.0	426.4	00:00:05
6	7.4	426.7	00:00:06
View Graph	ESCAPE	Print Report	Page Up / Page Down

Prima  para consultar o gráfico de titulação.

Prima  para imprimir o relatório.

### 5.5.7. ANÁLISE DE AMOSTRA RECORRENDO AO HISTORIAL

Ao premir  os resultados são adicionados ao historial da Análise da Amostra. O historial da Análise da Amostra pode ser utilizado para obter uma média dos resultados de titulação.

Utilize as teclas  e  para navegar pela lista de resultados.

Use  para escolher as amostras que serão usadas para calcular a média.

Sample Analysis History	
Date/Time	Sample Conc.[mg/g]
* Jun 20, 2019 08:47	1.1629
* Jun 20, 2019 07:50	1.1601
* Jun 20, 2019 07:05	1.1598
Titrated Water: 292.8 ug	
Sample Size: 0.2366 g	
Average Sample Conc.: 1.1609 mg/g	
Standard Deviation: 0.00171 mg/g	
Select	Escape
	Delete

**Nota:** Quando não houver resultados seleccionados, aparecerão traços nos campos da Concentração Média da amostra e Deriva Padrão.

## 6. FUNÇÕES AUXILIARES


### 6.1. BOMBA DE AR

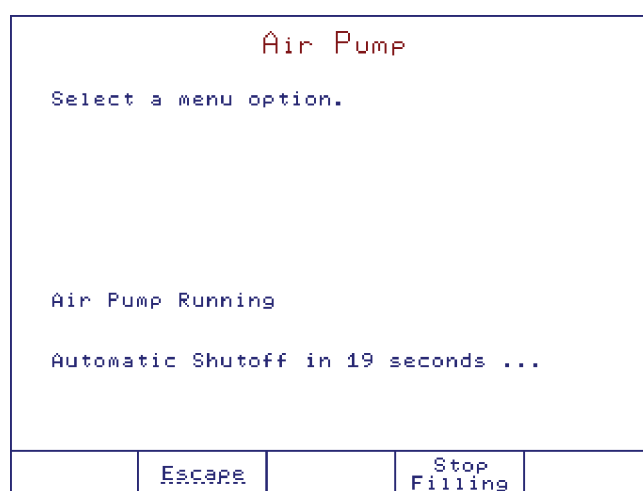
A bomba de ar é utilizada para adicionar ou remover o solvente no recipiente de titulação sem exposição à humidade atmosférica.




Para aceder ao ecrã **Bomba de Ar**, prima  desde o ecrã **Em Espera**.

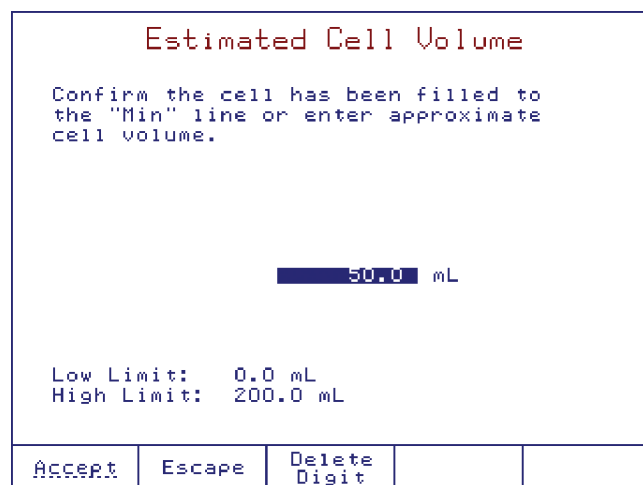
#### 6.1.1. COMO ENCHER O RECIPIENTE

Para adicionar solvente ao recipiente de Titulação:

- 1) Desde o ecrã **Bomba de Ar** prima  em seguida a bomba de ar iniciará e o solvente é adicionado ao recipiente. Caso o solvente não flua, ou flua muito lentamente, verifique se os conjuntos da tampa do recipiente encontram-se devidamente montados e bem vedados e se os tubos de manuseamento do líquido chegam ao fundo do frasco do solvente.






- 2) Quando o nível de solvente dentro da célula de titulação atingir a linha indicadora "Min", prima  para desligar a bomba de ar. Caso não prima  a bomba de ar desligar-se-á automaticamente após 20 segundos.
- 3) O **HI934** solicitará que verifique se a célula de titulação foi preenchida até à linha "Min" (aproximadamente 75 mL). Prima  para voltar ao ecrã **Em Espera**.



### 6.1.2. COMO Esvaziar o Recipiente



Para remover os resíduos do recipiente de Titulação:

- 1) Desaperte ligeiramente o encaixe do tubo para resíduos e deslize-o para baixo até atingir o fundo do copo.
- 2) Desde o ecrã **Bomba de Ar**, prima  e deixe a bomba de ar em funcionamento até que todos os resíduos sejam removidos.
- 3) Prima  para desligar a bomba de ar. Caso não prima , a bomba de ar desligar-se-á automaticamente após 60 segundos.
- 4) Volte a colocar o tudo para resíduos na sua posição original e coloque o vedante de vidro.

### 6.2. AGITADOR

**Nota:** Quando é seleccionado o agitador personalizado (consulte a secção **3. OPÇÕES GERAIS**), os comandos relacionados ao agitador não se encontram disponíveis.

Quando em modo **Em Espera** o agitador pode ser ligado e desligado premindo a tecla .

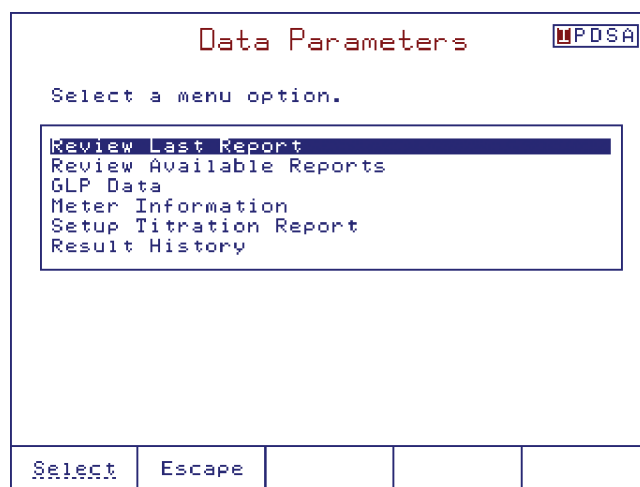
Durante o procedimento, a velocidade do agitador pode ser ajustada manualmente com as teclas  e .

**Nota:** Durante o processo de titulação o agitador não pode ser desligado

### 6.3. RESULTADOS

Para aceder ao ecrã **Parâmetros de Dados**, prima a tecla .

No ecrã **Parâmetros de dados**, poderá aceder às seguintes opções:



### 6.3.1. CONSULTAR O ÚLTIMO RELATÓRIO

Poderá consultar o relatório da última Titulação.

Review Result				
KF_00099.RPT				
HI934 - Titration Report				
Method Name:	Moisture in Solvent			
Time & Date:	13:41 Feb 18, 2019			
Titration ID:	KF_00099			
Nr	Titration Water[µg]	mV	Time	
0	0.0	591.0	00:00:00	
1	0.0	591.3	00:00:01	
2	10.0	592.7	00:00:02	
3	20.0	592.3	00:00:03	
4	29.9	592.7	00:00:04	
5	39.8	592.4	00:00:05	

View Graph	ESCAPE	Print Report	Page Up	Page Down
------------	--------	--------------	---------	-----------

As informações que podem ser consultadas no relatório são baseadas nas seleções realizadas no ecrã **Definir Relatório de Titulação**.

Estão disponíveis as seguintes teclas de opção:

View Graph	Consultar o gráfico de titulação.
Print Report	Imprimir o relatório de titulação.
Escape	Voltar ao ecrã anterior.
Page Up	Podem ser usadas para navegar pelas páginas.
Page Down	

### 6.3.2. CONSULTAR RELATÓRIOS DISPONÍVEIS

Pode guardar até 100 relatórios no titulador. Para visualizar um deles selecione o relatório que deseja ver e prima a tecla **View Report**.

Available Reports				
Highlight a report & press <View Report> to see the detailed data.				
Moisture in Solvent	ID:KF_00099			
Titration Report	13:41 Feb 18, 2019			
Moisture in Solvent	ID:KF_00097			
Titration Report	12:29 Feb 18, 2019			
Moisture in Solvent	ID:KF_00098			
Titration Report	13:36 Feb 18, 2019			
Moisture in Solvent	ID:KF_00096			
Titration Report	12:18 Feb 18, 2019			
TEST 1mg/g	ID:KF_00095			
Titration Report	12:09 Feb 18, 2019			
TEST 1mg/g	ID:KF_00094			
Titration Report	11:57 Feb 18, 2019			
TEST 1mg/g	ID:KF_00093			
Titration Report	11:46 Feb 18, 2019			

View Graph	Escape	View Report	Print Report	Delete Report
------------	--------	-------------	--------------	---------------

O relatório contém apenas a informação selecionada no ecrã **Definir Relatório de Titulação** durante a configuração do relatório.

Estão disponíveis as seguintes teclas de opção::

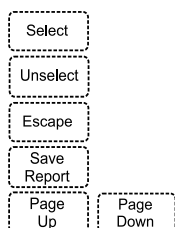
View Graph	Consultar o gráfico selecionado.
View Report	Consultar o relatório selecionado.
Print Report	Imprimir o relatório selecionado.
Delete Report	Apagar o relatório selecionado.
Escape	Voltar ao ecrã anterior.



**Nota:** Se passou mais que um ano da data de calibração do quadro analógico, a mensagem **Calibração vencida no analógico** é exibida no ecrã principal e deve ser executada a recalibração do quadro analógico.

### 6.3.5. DEFINIR RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Personalize o seu relatório para registar os resultados de titulação. Um asterisco significa que será incluído no relatório de titulação.



A informação selecionada é adicionada ao relatório.

A informação selecionada é removida do relatório.

Volta ao ecrã **Parâmetros de Dados**. O relatório não foi atualizado.

Atualizar o relatório com os itens selecionados. O relatório guardado anteriormente não será atualizado.

Navegar pelas opções.

### 6.3.6. ANÁLISE DE AMOSTRA RECORRENDO AO HISTORIAL

Esta opção permite ao utilizador aceder ao historial de análise da amostra e calcular a média dos resultados da titulação.

Utilize as teclas e para navegar pela lista de resultados.

Use para escolher as amostras que serão usadas para calcular a média.

**Nota:** Quando não houver resultados selecionados, aparecerão traços nos campos da Concentração Média da amostra e Desvio Padrão.

## 7. MANUTENÇÃO E PERIFÉRICOS

### 7.1. MANUTENÇÃO DO ELÉTRODO GERADOR

**Atenção:** Nunca aqueça os eletrodos do gerador acima de 50 °C durante a secagem! Pode causar danos permanentes ao conector!

Os eletrodos geradores devem ser limpos a cada 1 a 2 semanas, com mais frequência se trabalhar com amostras “sujas” ou “oleosas”.

- 1) Remova o cartucho dessecante da parte superior do gerador e desconecte o cabo. Para geradores com diafragma, use o tubo para resíduos para remover o católito do compartimento interno.
- 2) Remova o gerador do recipiente de Titulação.
- 3) Lave as superfícies interna e externa com metanol seco. NÃO deixe que nenhum líquido/ solvente se aproxime do conector do eletrodo!
- 4) Para geradores com diafragma, coloque o gerador num recipiente de titulação vazio e encha o compartimento interno com aproximadamente 15 a 20 mL de metanol seco. Deixe o metanol difundir através do diafragma para limpar os contaminantes. Para uma limpeza mais completa, repita este procedimento mais uma ou duas vezes.
- 5) Limpe a junta em vidro com um pano ou tecido limpo e seco.
- 6) Deixe o gerador secar. Coloque num forno de secagem (máximo 50 °C) por 1 hora, ou até que nenhum líquido / condensação seja visível. Se um forno não estiver disponível, use o gerador imediatamente para evitar a adsorção de humidade no metanol residual.
- 7) Se a contaminação visível permanecer, use um solvente apropriado para dissolver o contaminante. Se necessário pode usar sabão e água, lave com metanol seco e seque antes de usar.

### 7.2. MANUTENÇÃO DO DETETOR DE ELÉTRODO

A manutenção adequada do detetor é crucial para medições confiáveis e o prolongamento da vida útil do detetor. A frequência da manutenção dependerá em grande parte do tipo de amostras a analisar. A manutenção pode ser necessária se o eletrodo estiver lento ou sem resposta, forem observadas leituras mV ruidosas, detritos visíveis ou revestimento sobre ou entre os pinos do eletrodo.

- 1) Remova o Detetor de Eletrodo do recipiente de Titulação.
- 2) Enxague o eletrodo com um solvente apropriado para o tipo de amostra usada — o metanol geralmente é suficiente.
- 3) Remova os detritos limpando suavemente com um pano limpo ou tecido. Deixe a sonda secar completamente.
- 4) Se for necessária uma limpeza mais completa, mergulhe o eletrodo em Solução de Limpeza de Eletrodo para Uso Geral **HI7061**, por várias horas e depois enxague com água seguida de metanol.
- 5) Deixe o eletrodo secar antes de usar.
- 6) Inspeccione o vidro quanto a rachadelas, especialmente perto dos pinos dos eletrodos. Caso encontre alguma rachadela substitua o eletrodo.

**Nota:** A limpeza do detetor de eletrodo com agentes de limpeza removerá os complexos de platina-iodo que se formaram na superfície do eletrodo. O que diminuirá a resistência do detetor e, portanto, diminuirá as leituras de mV do detetor. Para neutralizar essa alteração, diminua o valor mV do endpoint ou aumente a corrente imposta em Opções do método. O complexo de platina-iodo deve-se formar após várias titulações.

**Aviso!** Assegure-se de que protege os pinos dos eletrodos contra danos! Evite o uso de escovas/ abrasivos para limpar os pinos. Os pinos podem dobrar facilmente, o que causará erros permanentes nas leituras de mV!

### 7.3. MANUTENÇÃO DO SUPORTE ADAPTADOR DE REAGENTE

O tubo de vidro do suporte de adaptador de reagente pode ser removido para limpeza caso se suje com reagente e/ou resíduos. Como limpar o tubo de vidro:

- 1) Remova o adaptador de troca de reagente da parte superior do suporte.
- 2) Retire lentamente o tubo de vidro. Manuseie com cuidado, pois podem ter se acumulado dentro do tubo reagentes/resíduos perigosos
- 3) Lave o tubo com metanol seco. Se necessário, use sabão e água, então depois lave com metanol.
- 4) Limpe a junta em vidro com um pano ou tecido limpo e seco.
- 5) Seque o tubo num forno de secagem ou seque completamente.

### 7.4. MANUTENÇÃO DO ADAPTADOR DA TROCA DE REAGENTE

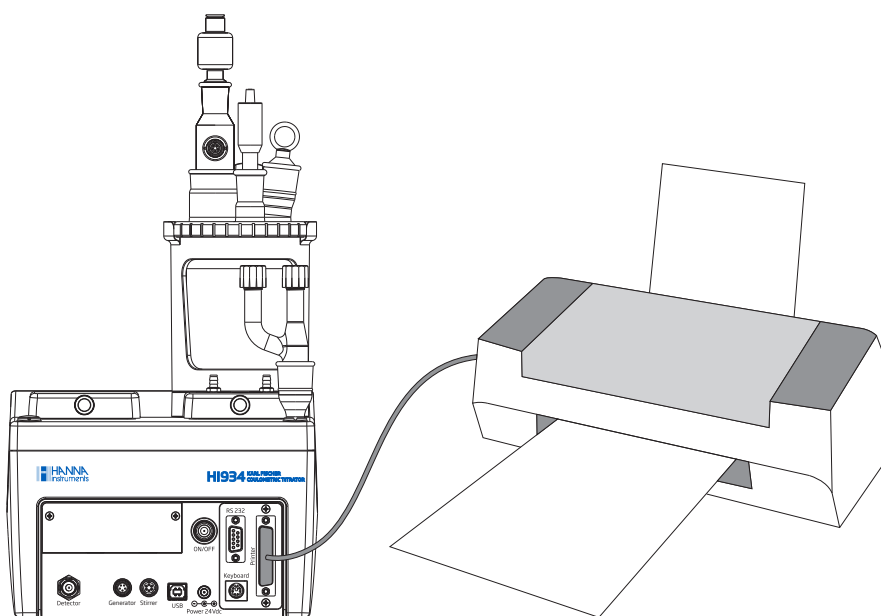
O adaptador da troca de reagente deve ser limpo caso note a acumulação excessiva de líquido e/ou sais nas superfícies. Limpe o adaptador e o suporte se vir sais na junta de vidro esmerilado ou perto dela. Como limpar o adaptador:

- 1) Solte as tampas e remova os tubos do adaptador. Certifique-se de que a extremidade engarrafada dos tubos não está imersa em líquido para evitar derramar.
- 2) Remova o adaptador de troca de reagente da parte superior do suporte.
- 3) Desconecte as tampas das anilhas.
- 4) Enxague o adaptador, os o-rings e as tampas (se necessário) com metanol seco. Se necessário, use sabão e água, então depois lave com metanol.
- 5) Limpe a junta em vidro com um pano ou tecido limpo e seco.
- 6) Seque o vidro para adaptador num forno de secagem ou seque completamente. Deixe as tampas e o-rings secarem ao ar.
- 7) Assegure-se de que todas as peças encontram-se bem secas antes de voltar a montar.

## 7.5. PERIFÉRICOS

### 7.5.1. LIGAÇÃO A UMA IMPRESSORA

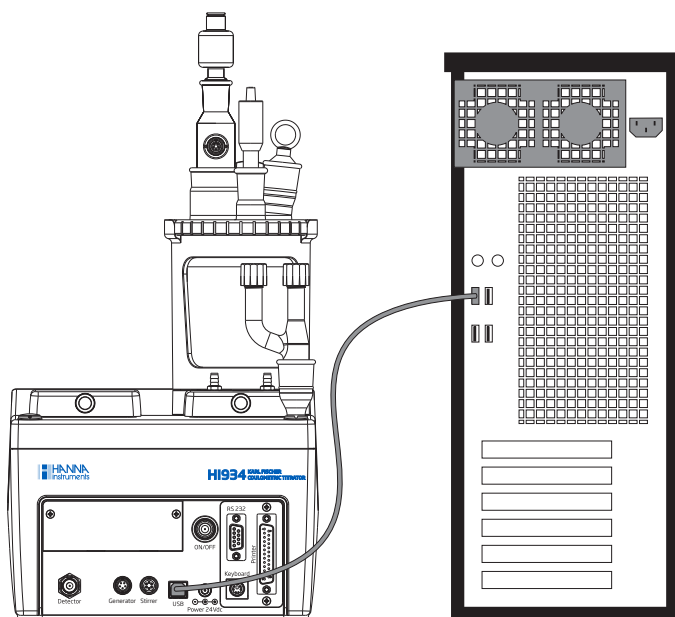
Pode ser ligada uma variedade de impressoras paralelas à porta paralela do titulador usando um cabo DB25.



**Aviso!** A conexão/ desconexão do CABO DE ENERGIA, CONJUNTO DA BOMBA, IMPRESSORA ou BALANÇA apenas devem ser feitos com o titulador e aparelhos externos desligados.

### 7.5.2. LIGAÇÃO AO COMPUTADOR

O titulador pode ser conectado a um computador usando um cabo USB. Deve ser instalada no computador a aplicação **HI900**.

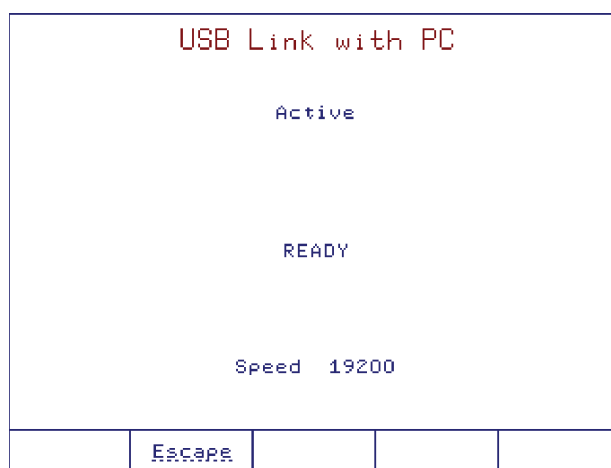


Ligue o cabo à porta USB na parte no painel traseiro do titulador.

Ligue o cabo à porta USB no PC.

Abra o ecrã **Ligação USB com o computador** no titulador (consulte a seção **3. OPÇÕES GERAIS**).

Execute a aplicação **HI900** e, em seguida, selecione a porta USB apropriada no computador.

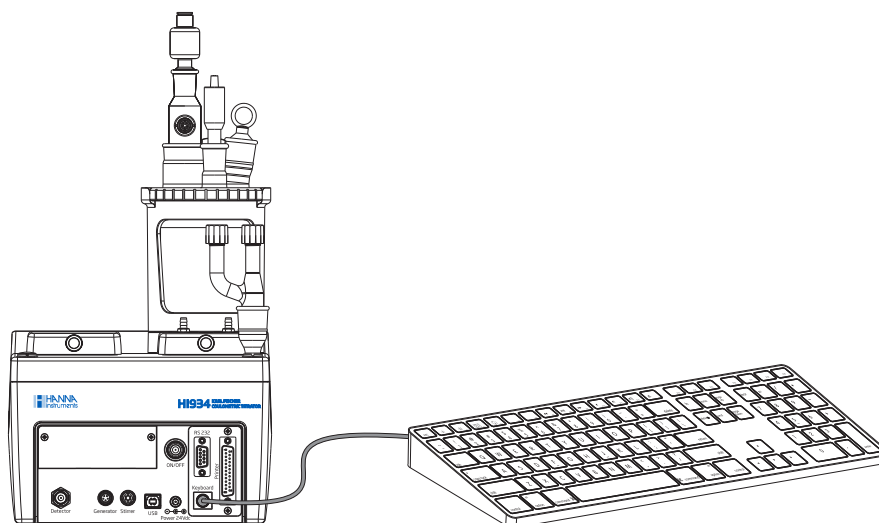


A aplicação para computador **HI900** permite a transferência de métodos e relatórios entre o titulador e o computador.

**Aviso!** A conexão/ desconexão do CABO DE ENERGIA, CONJUNTO DA BOMBA, IMPRESSORA ou BALANÇA apenas devem ser feitos com o titulador e aparelhos externos desligados.

### 7.5.3. LIGAÇÃO DE UM TECLADO EXTERNO

Esta conexão permite que utilize um teclado externo além do teclado próprio do titulador.



A correspondência entre o teclado do titulador e um teclado externo tipo 105 utilizado em Portugal:

Teclado externo para PC (tipo 105)	Teclado para Titulador
Tecla de função F-1	
Tecla de função F-2	
Tecla de função F-3	
Tecla de função F-4	
Tecla de função F-5	Tecla de opção 1 (da esquerda para a direita)
Tecla de função F-6	Tecla de opção 2 (da esquerda para a direita)
Tecla de função F-7	Tecla de opção 3 (da esquerda para a direita)
Tecla de função F-8	Tecla de opção 4 (da esquerda para a direita)
Tecla de função F-9	Tecla de opção 5 (da esquerda para a direita)
Tecla de função F-10	
Tecla de seta Cima	
Tecla de seta Abaixo	
Tecla de seta Esquerda	
Tecla de seta Direita	
Página acima	
Página abaixo	
Teclas numéricas: 0 a 9	
Enter	
Teclas alfanuméricas	Permite introdução de dados alfanuméricos

## 8. OTIMIZAÇÃO DE MÉTODOS

### 8.1. DEFINIÇÕES DA TITULAÇÃO

As configurações padrão incluídas nos métodos padrão foram desenvolvidas pela Hanna Instruments para fornecer resultados precisos para a maioria das amostras sem necessidade de entradas adicionais ou ajustes do método. Contudo, de modo a adequar-se a uma variedade maior de tipos de amostras e matrizes, todos os parâmetros de titulação do **HI934** são personalizáveis. Esta seção apresenta as descrições dos parâmetros críticos de titulação necessários para modificar um método padrão ou desenvolver um método de titulação do zero.

Os métodos do **HI934** podem ser modificados e personalizados com base nos requisitos da amostra, matriz da amostra e formulação do reagente. As configurações alteráveis pelo utilizador são separadas em duas categorias: Parâmetros de controle, que definem as funções críticas que determinam o curso de uma titulação e definem a maneira como as titulações são finalizadas e Opções de método, que controlam os recursos menores que não afetam diretamente as medições e permitem principalmente que os utilizadores “avançados” reduzam os tempos de titulação.

#### 8.1.1. PARÂMETROS DE CONTROLE

##### 8.1.1.1. POTENCIAL DO ENDPOINT E CORRENTE DE POLARIZAÇÃO

O **HI934** utiliza um sistema de elétrodos polarizados conhecido como indicação bivoltamétrica. O titulador monitoriza a voltagem necessária para manter uma corrente de polarização constante ( $I_{pol}$ ) entre o elétrodo de pino de platina duplo Karl Fischer durante uma titulação.

Durante uma titulação, não existe qualquer excesso de iodo presente. Para manter a corrente de polarização definida, o **HI934** deve aplicar uma tensão relativamente grande nos pinos do elétrodo.

No final de uma titulação, a quantidade de iodo adicionada é igual à quantidade de água da amostra. Quando um excesso de iodo foi gerado, o iodo está presente na solução. O excesso de iodo é facilmente reduzido e o iodeto resultante é facilmente oxidado em reações de elétrodo no cátodo e ânodo, respetivamente. A facilidade dessas reações torna possível manter a corrente de polarização constante num potencial de elétrodo muito menor.

Em teoria, uma grande mudança no potencial do elétrodo indica o endpoint. Na prática, um endpoint de titulação é alcançado quando o potencial do elétrodo cai abaixo de um valor predefinido e os critérios de finalização escolhidos são atendidos.

A escolha do potencial endpoint deve ser baseada, principalmente, na corrente de polarização e, depois, na composição do solvente Karl Fischer e da matriz da amostra. Se a corrente de polarização for alterada, o potencial de endpoint deve também ser alterado. Além disso, existem esquemas a evitar ao escolher um potencial de endpoint. A seleção de endpoints que são “muito altos” ou “muito baixos” resultará em tempos de titulação longos e baixa reprodutibilidade. Endpoints “muito altos” são aqueles que resultam em pontos finais que precedem ou coincidem com o ponto de equivalência, logo a concentração de excesso de iodo não é detetada de forma confiável. Os potenciais de endpoint são considerados “muito baixos” quando correspondem a um grande excesso de iodo na célula de titulação.

**Nota:** A limpeza do detetor de elétrodo com agentes de limpeza removerá os complexos de platina-iodo que se formaram na superfície do elétrodo. O que diminuirá a resistência do detetor e, portanto, diminuirá as leituras de mV do detetor. Para neutralizar essa alteração, diminua o valor mV do endpoint ou aumente a corrente imposta em Opções do método. O complexo de platina-iodo deve-se formar após várias titulações.

### 8.1.1.2. VELOCIDADE DA TITULAÇÃO

O **HI934** prevê a aproximação do endpoint e reduz os volumes de titulante adicionados até que este seja alcançado. Este processo, conhecido como dosagem dinâmica, é controlado por software. A dosagem dinâmica evita a adição de titulante além do endpoint e fornece densidade de dados aprimorada nas proximidades do endpoint, resultando em determinação precisa do endpoint e titulações mais rápidas. O volume de dose mínimo e máximo deve ser ajustado adequadamente pelo utilizador para que a dosagem dinâmica seja eficaz.

A configuração da velocidade de titulação controla a taxa de geração de iodo. As velocidades de titulação mais rápidas reduzem o tempo de titulação, mas aumentam a hipótese de titulação excessiva. As velocidades de titulação mais lentas permitem uma maior precisão do endpoint, mas aumentam o tempo de titulação. A velocidade de titulação recomendada para cada amostra depende da quantidade de água introduzida pela amostra:

Velocidade da Titulação	Lento	Normal	Rápido
Humidade da Amostra	< 300 $\mu\text{g}$	300 - 1000 $\mu\text{g}$	1000 $\mu\text{g}$

Se selecionada a opção “Automático”, o **HI934** determinará a velocidade de titulação apropriada com base no teor de água estimado e na quantidade de amostra adicionada ao recipiente para cada titulação. Caso ocorra frequentemente titulação excessiva, selecione uma velocidade de titulação mais lenta. Se desejar uma duração de titulação mais curta, selecione uma velocidade de titulação mais rápida.

### 8.1.1.3. MÉDIA DE SINAL

O valor escolhido para a configuração da média do sinal determina quantas leituras em média serão feitas para produzir um único ponto de dados na curva de titulação. Enquanto valores mais altos de 3, 4, até 10 leituras reduzem o tempo de resposta do eletrodo, estes também resultam numa curva de titulação “mais suave” que pode resultar numa titulação mais rápida (leituras instáveis únicas podem fazer com que o tamanho da dose seja reduzido).

## 8.1.2. PARÂMETROS DE FINALIZAÇÃO

O **HI934** apresenta três critérios possíveis pelos quais uma titulação pode ser considerada como tendo atingido um endpoint com sucesso.

### 8.1.2.1. TEMPO DE ESTABILIDADE

Quando selecionado este critério de finalização, considera-se que uma titulação atingiu um endpoint quando o potencial do eletrodo permanece abaixo do potencial endpoint especificado por um período de tempo, chamado de tempo de estabilidade. Normalmente os tempos de estabilidade de endpoint variam entre 5 e 15 segundos.

### 8.1.2.2. PARAGEM DE DERIVA

Os critérios de finalização baseados na Deriva, ou paragem de Deriva, param as titulações com base no conceito de que no final de uma titulação, quando toda a água da amostra tiver sido reagida, o titulador deve apenas titular a água que penetra na célula devido à taxa de Deriva de fundo (consulte a seção **5. MODO DE TITULAÇÃO** para uma explicação detalhada da Deriva de fundo).

Idealmente, os critérios de finalização de paragem de deriva terminariam uma titulação quando uma taxa de deriva idêntica àquela que precedeu o início de uma titulação é observada no final de uma titulação. No entanto, do ponto de vista prático, a obtenção de uma taxa de deriva idêntica resulta em tempos de titulação muito longos.

De modo a reduzir os tempos de titulação, enquanto ainda aproveita os aspetos positivos da finalização baseada em deriva, o **HI934** incorpora dois critérios de finalização de paragem de deriva, paragem Relativa de Deriva e paragem Absoluta de Deriva.

#### 8.1.2.2.1. PARAGEM RELATIVA DE DERIVA

O parâmetro de finalização de paragem Relativa de Deriva deve ser o critério de finalização de primeira escolha. É o mais universalmente aplicável, mais fácil de usar e resulta em titulações rápidas e repetíveis.

A vantagem deste parâmetro em relação aos é que o valor de finalização da taxa relativa de deriva pode ser definido independentemente da concentração do titulante e da taxa de deriva inicial.

De acordo com este critério, uma titulação atinge com sucesso o endpoint quando o **HI934** titula toda a água introduzida com a amostra e mantém uma taxa de deriva que é igual à soma da deriva inicial (taxa de deriva quando a titulação foi iniciada) e o valor da 'paragem Relativa de Deriva' (ou seja, um desvio ligeiramente superior à taxa de deriva inicial). A escolha do valor da paragem Relativa de Deriva influencia a duração e a reprodutibilidade da titulação. A escolha de valores baixos de paragem Relativa de Deriva (3 a 5  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará em titulações com alta reprodutibilidade e durações longas. Por outro lado, valores de paragem Relativa de Deriva altos (8 a 15  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultarão em titulações rápidas com reprodutibilidade potencialmente reduzida.

Valores de paragem Relativa de Deriva mais baixos são necessários para amostras de baixa concentração. Os últimos microgramas de água de uma amostra reagem lentamente com o iodo. Assim, é fundamental permitir que os últimos microgramas reajam, pois pode ser uma porção significativa do total de água titulada. Para titulações de menos de 200  $\mu\text{g}$  de água, recomenda-se definir a paragem Relativa de Deriva para 3 a 4  $\mu\text{g}/\text{min}$ . Em titulações superiores a 200  $\mu\text{g}$  de água, recomenda-se definir a paragem Relativa de Deriva para 3 a 15  $\mu\text{g}/\text{min}$ .

#### 8.1.2.2.2. PARAGEM ABSOLUTA DE DERIVA

Segundo este critério, uma titulação atinge com sucesso o endpoint quando o desvio cai abaixo de um limite predefinido, chamado valor de paragem Absoluta de Deriva.

Ao definir o limite absoluto de deriva, deve-se encontrar um equilíbrio entre a velocidade de titulação e a precisão. A escolha de um limite ligeiramente superior à taxa de deriva inicial resultará em alta reprodutibilidade e titulações relativamente lentas. Definir o limite mais alto ( $> 30 \text{ mg}/\text{min}$ ) resultará em titulações muito rápidas e reprodutibilidade de titulação reduzida.

A taxa de deriva atual deve ser considerada antes de selecionar um valor de paragem absoluta de Deriva. Definir um valor baixo em relação à taxa de deriva inicial pode fazer com que a titulação continue indefinidamente sem atingir um endpoint válido.

### 8.1.3. OPÇÕES DO MÉTODO

#### 8.1.3.1. TEMPO DE AGITAÇÃO DE PRÉ-ANÁLISE

Ao analisar amostras com solubilidade limitada ou amostras que libertam água ligada lentamente, a amostra deve ser agitada no solvente escolhido antes do início de uma titulação, para evitar resultados de titulação erroneamente baixos ou endpoints inalcançáveis. A opção tempo de agitação de pré-análise garante que, após a adição da amostra, a mistura de titulação seja agitada por um período de tempo antes que qualquer iodo seja gerado na célula. O tempo de agitação de pré-análise pode ser ajustado entre 0 e 1000 segundos.

#### 8.1.3.2. VELOCIDADE DE AGITAÇÃO

A velocidade do agitador do **HI934** pode ser definida entre 200 e 2000 RPM com 100 RPM de resolução. O sistema de agitação está equipado com um mecanismo de feedback ótico que garante que o motor de agitação encontra-se a funcionar na velocidade definida pelo utilizador.

A velocidade de agitação ideal é obtida quando um pequeno vórtice é visível. Se a velocidade de agitação for muito baixa, o titulante não reagirá com a amostra antes de atingir o eletrodo, resultando em titulação excessiva e baixa reprodutibilidade da titulação. Se a velocidade de agitação for muito alta, formam-se bolhas na solução. As bolhas podem desestabilizar ou falsificar o potencial do eletrodo medido.

A velocidade de agitação padrão para reagentes Karl Fischer padrão disponíveis, comercialmente usados dentro da gama de volume operacional da célula padrão da Hanna Instruments e com a barra de agitação magnética fornecida, é de 900 RPM. As amostras que resultam numa solução de titulação com viscosidade mais alta ou mais baixa podem exigir o ajuste da velocidade de agitação.

### 8.1.3.3. ENTRADA DA TAXA DE DERIVA DE FUNDO (BACKGROUND)

Esta opção oferece uma escolha entre a determinação automática da taxa de deriva do **HI934** e a atribuição de um valor fixo a ser usado pelo titular como a taxa de deriva.

O principal benefício de ignorar a opção da taxa de deriva automática é economizar tempo. Isto é apropriado ao titular amostras com alto teor de água onde a taxa de deriva é muito baixa para afetar os resultados da titulação ou em situações de diagnóstico onde não há vantagem em esperar que o **HI934** realize uma análise da taxa de deriva.

## 8.2. AMOSTRA

### 8.2.1. PROCEDIMENTO ADEQUADO DE AMOSTRAGEM

A recolha adequada de amostras é essencial para determinar com precisão o teor de água dos materiais a granel, particularmente com amostras não homogêneas. Muitos métodos padrão detalham as instruções para garantir a amostragem adequada. Regra geral, devem ser seguidas as seguintes orientações:

- A amostra deverá ser representativa. O teor de água da amostra retirada é o mesmo que o teor médio de água do material a granel.
- Evite expor as amostras aos efeitos contaminantes da humidade atmosférica. Recolha amostras o mais rápido possível e proteja a amostra durante o transporte e/ou armazenamento.
- Recolha amostras do interior de materiais a granel. Superfícies de materiais higroscópicos podem conter níveis mais altos de humidade em relação ao resto do material. Superfícies de materiais que libertam água podem conter menos água em relação ao resto do material.
- A recolha de grandes amostras de materiais de massa resulta numa amostra mais representativa.

### 8.2.2. DETERMINAR A DIMENSÃO IDEAL DA AMOSTRA

A gama de titulação ideal do **HI934** é de 0,5 a 2,0 mg de água por amostra. Idealmente, o tamanho da amostra seria dimensionado para estar sempre nessa gama, mas torna-se impraticável adicionar os tamanhos de amostra grandes que seriam necessários para concentrações de 500 ppm e inferiores. A tentativa de adicionar mais de 10 g de amostra aumenta a hipótese de resultados errôneos, pois a amostra altera significativamente a composição do reagente. Além disso, o recipiente de titulação encherá rapidamente após algumas titulações se o tamanho da amostra for 10 g. Para amostras abaixo de 500 ppm, o tamanho da amostra deve ser um equilíbrio entre a precisão da titulação (maior tamanho da amostra) e a economia (menos desperdício de reagente). A tabela apresentada mostra o tamanho de amostra recomendado com base no teor de humidade:

Teor de água	1 ppm	20 ppm	100 ppm	250 ppm	1000 ppm	1%	5%
Tamanho da amostra	10 g	5 g	3 g	2 g	1 g	0,1 g	0,02 g


### 8.2.3. AMOSTRAS SÓLIDAS

As amostras sólidas nunca devem ser analisadas diretamente no recipiente de titulação. Os sólidos aumentam muito o risco de entupimento do diafragma do gerador, o que pode causar danos permanentes. Além disso, abrir o recipiente de titulação para adicionar uma amostra sólida introduziria uma quantidade significativa de humidade, causando falsas leituras altas e aumentando o desvio entre as titulações. Estas amostras devem ser analisadas por extração externa ou dissolução externa.

#### 8.2.4. AMOSTRAS LÍQUIDAS

A água contida nas amostras líquidas deve estar disponível para reagir com o iodo gerado. É importante selecionar um sistema ou mistura de solventes com o qual a amostra seja miscível.

Os líquidos são normalmente adicionados através do septo na porta de amostra por meio de uma seringa e agulha usando as seguintes etapas:

- 1) Anexar uma agulha longa (aproximadamente 15.5 centímetros) a uma seringa grande o suficiente para conter pelo menos uma amostra completa.
- 2) Enxague a seringa e a agulha com a amostra várias vezes, retirando uma pequena porção da amostra, estendendo totalmente o êmbolo, agitando para revestir o interior da seringa e expelindo a amostra para um recipiente de recolha de resíduos.
- 3) Dispense amostra suficiente na seringa para pelo menos uma titulação.
- 4) Seque a parte externa da agulha com um pano ou tecido livre de pelos.
- 5) Determine a massa da seringa e da amostra.
- 6) Inicie uma titulação desde o modo **Standby** ao premir .
- 7) Insira a agulha através do septo na porta de amostra. Empurre a seringa através do septo até que a ponta da agulha esteja aproximadamente a 1 cm da superfície do solvente.
- 8) Dispense constantemente a quantidade apropriada de amostra, garantindo que a amostra seja introduzida diretamente no solvente e não salte para as paredes do recipiente de titulação eletrodo ou ponteira de dispensação.
- 9) Aspire uma pequena quantidade de ar de dentro da célula para a seringa de modo a garantir que nenhuma gota de amostra permaneça na ponteira da agulha.
- 10) Remova a seringa e a agulha do septo, assegurando-se que a agulha não toca no solvente ou em outros componentes internos da célula.
- 11) Calcule a massa da amostra adicionada à célula de titulação (subtraia a massa da seringa após a amostra ter sido adicionada da massa da seringa antes da adição da amostra).
- 12) Insira a massa calculada da amostra no **HI934**

Ao adicionar uma amostra líquida com agulha e seringa, é importante que a amostra seja introduzida diretamente no solvente. As amostras depositadas nas laterais do recipiente ou outros componentes internos da célula não podem ser tituladas com o restante da amostra. É igualmente importante que nenhuma gota permaneça na ponteira da agulha. As “gotas suspensas” ficarão na parte inferior do septo. Isto resultará em resultados baixos falsos para a determinação. As amostras líquidas com alta viscosidade, como mel, podem ser cuidadosamente aquecidas para melhorar o fluxo através da agulha.

Em alguns casos, as amostras líquidas podem exigir etapas preparatórias adicionais listadas nas seções a seguir. As instruções específicas de preparação de amostras estão incluídas em cada método padrão.

#### 8.2.5. TÉCNICAS DE PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

Embora muitas amostras possam ser introduzidas diretamente no recipiente de titulação (consulte a seção **5.5. ANÁLISE DA AMOSTRA**), outras requerem etapas preparatórias. É fundamental que as amostras não sejam contaminadas com água adicional ou percam água durante a fase de preparação.

As etapas necessárias para as técnicas mais comuns de preparação de amostras são descritas abaixo. Para obter instruções detalhadas específicas da aplicação, consulte as instruções incluídas nos métodos padrão aplicáveis.

O **HI934** apresenta opções para o cálculo automático de amostras preparadas normalmente, usando extração externa e dissolução externa.

### 8.2.5.1. DILUIÇÕES

É muito difícil adicionar com precisão quantidades muito pequenas de amostra ao recipiente de titulação. De modo a produzir resultados precisos e reproduzíveis, as amostras com teor de água superior a 50% devem ser diluídas com um solvente seco antes de serem introduzidas no recipiente de titulação. As diluições são realizadas usando a opção de tipo de amostra 'dissolução externa'.

O metanol anidro é o solvente eleito para as diluições de amostras. Se a amostra conter gorduras ou óleos, pode ser usada uma mistura de metanol e clorofórmio para promover a solubilidade da amostra.

O seguinte descreve um procedimento de diluição genérico:

- 1) Determine a massa de um balão seco com uma rolha de septo.
- 2) Transfira aproximadamente 1 g de amostra para o frasco e meça a massa do frasco e da amostra juntos.
- 3) Adicione 30 gramas de solvente de diluição ao frasco. Feche novamente e misture o conteúdo do frasco.
- 4) Determine o teor de humidade do solvente seco usado como diluente numa titulação separada.
- 5) Use a diluição preparada para análise.

### 8.2.5.2. DISSOLUÇÃO EXTERNA

As dissoluções externas são usadas para todas as amostras sólidas ou amostras de fase mista que se dissolvem numa mistura de solventes.

A preparação da amostra e a escolha do solvente ou da mistura de solventes são específicas da amostra. Consulte um método padrão aplicável para obter detalhes do procedimento.

O **HI934** realizará os cálculos necessários automaticamente quando a 'dissolução externa' for selecionada no menu de tipo de amostra.

### 8.2.5.3. EXTRAÇÃO EXTERNA

A extração externa é usada para todas as amostras sólidas insolúveis.

O **HI934** realizará os cálculos necessários automaticamente quando a 'extração externa' for selecionada no menu de tipo de amostra.

Segue um esboço de um procedimento geral:

- 1) Determine a massa de um frasco de extração ou balão com um septo.
- 2) Adicione o solvente de extração ao frasco e determine a massa do frasco e do solvente. De modo a maximizar a eficácia da extração, o teor de água do solvente deve ser o mais baixo possível. Ao escolher um solvente de extração, deve-se considerar cuidadosamente o limite de saturação de água para um possível solvente.
- 3) Determine o teor de água do solvente.
- 4) Determine a massa do solvente restante no frasco de extração.
- 5) Adicione uma amostra finamente triturada ao solvente no frasco de extração. A quantidade de amostra adicionada deve ser grande o suficiente para que a quantidade de água na amostra seja muito maior do que a do solvente antes da extração.
- 6) Facilite a extração agitando a solução ou colocando a solução numa placa de agitação ou num sonicador.
- 7) Deixe repousar no fundo do frasco de extração a porção insolúvel da amostra.
- 8) Titule uma amostra de tamanho apropriado do sobrenadante (solvente acima da amostra sólida sedimentada).

### 8.2.5.4. HOMOGENEIZAÇÃO

A homogeneização é recomendada para amostras líquidas de fase não aquosa ou mista, bem como para sólidos com distribuições não homogêneas de água. A água pode ser distribuída uniformemente por toda a amostra recolhida, utilizando misturadores de alta velocidade e alto cisalhamento, chamados homogeneizadores.

Em amostras não aquosas de fase mista (óleo e água), a água tende a migrar para a superfície da solução da amostra, aderir às paredes internas ou afundar no fundo do frasco da amostra. Isto é particularmente problemático quando a amostragem é feita em altas temperaturas e a amostra é subsequentemente arrefecida até a temperatura ambiente antes da análise.

Amostras sólidas normalmente exibem distribuições de água não homogêneas e, portanto, devem ser completamente reduzidas a pó ou homogeneizadas. O procedimento de homogeneização depende das características da amostra específica. A homogeneização é particularmente adequada a amostras e suspensões semissólidas e é o único método que pode romper células de plantas e tecidos para libertar a água presente no interior das células. A homogeneização é normalmente realizada externamente num frasco seco com a adição de um solvente adequado, preferencialmente metanol.

#### 8.2.5.5. AQUECIMENTO

O aquecimento da amostra é usado para a análise de amostras sólidas ou líquidas que não podem ser extraídas ou que interferem na reação de Karl Fischer. Estas incluem plásticos, minerais, produtos petroquímicos que contêm aditivos e matérias-primas para produtos farmacêuticos.

As amostras são aquecidas num forno especial enquanto um fluxo seco de gás passa pela câmara de amostra ou, para amostras líquidas, pela própria amostra. O gás é introduzido no recipiente de titulação.

A temperatura de aquecimento é específica da amostra e pode ser encontrada em métodos padrão aplicáveis. As temperaturas são escolhidas para serem as mais altas possíveis sem decompor a amostra, o que pode resultar na contaminação do recipiente de titulação.

### 8.3. SISTEMA DE REAGENTES KARL FISCHER

Existe atualmente no mercado uma grande variedade de reagentes Karl Fischer, cada um projetado e formulado para matrizes de amostras específicas e condições de titulação.

Os sistemas de reagentes Coulométricos Karl Fischer consistem num anólito e um católito. Os reagentes para geradores sem diafragma são sistemas de reagente único. O fabricante do reagente especificará se determinado reagente é adequado para células com diafragma ou sem diafragma (ou ambos). Para reagentes que requerem um diafragma, o fabricante também fornecerá um católito adequado.

Os reagentes comerciais são normalmente formulados para uma das seguintes aplicações:

- Uso geral
- À base de etanol
- Cetona/ Aldeído
- Petróleo/ Hidrocarbonetos

Consulte um método padrão ou fabricante de reagentes para conhecer os reagentes apropriados para uma aplicação.

#### 8.3.1. PADRÕES DE ÁGUA

Os padrões de água são usados para verificar o desempenho do titulador e a técnica de análise. Os padrões de água são parte integrante das diretrizes ISO 9000, GMP, GLP e FDA para determinação de água.

Encontram-se disponíveis comercialmente em ampolas seladas de uso único. Os valores de concentração são normalmente 0,1, 1,0 e 10,0 mg/g e são certificados pelo fabricante. A coulometria é um método absoluto que não requer calibração ou determinação de título, mas é útil ocasionalmente titular os padrões de água como uma verificação do sistema. Desta forma confirma-se que não existem problemas com as configurações do método, reagentes, técnica de adição de amostra ou eletrónica do titulador.

Procedimento geral usando um padrão de água líquido (ampola):

- 1) Configure o titulador de acordo com o manual de instruções. Certifique-se de que o titulador está configurado com o mesmo reagente, condições de trabalho, temperatura e configurações do titulador a serem usadas para análises de amostras subsequentes.
- 2) Selecione um padrão apropriado que corresponda ao teor de água da amostra.
- 3) Abra uma ampola de padrão. Enxague uma seringa com uma pequena porção de padrão.
- 4) "Aspire" o restante padrão para a seringa, pese e titule cerca de um terço do padrão na seringa.
- 5) Realize mais duas titulações com o padrão restante na seringa.
- 6) Reveja os resultados no ecrã de estatísticas de 'resultados médios'. A concentração padrão média deve estar dentro da gama especificada no Certificado de Análise fornecido pelo fabricante. Não deve haver variabilidade excessiva entre cada resultado.

## 9. ACESSÓRIOS

### 9.1. ANÓLITO PARA CÉLULAS COM E SEM DIAFRAGMA

- Honeywell® HYDRANAL™ - Coulomat AG (Catalog Number 34836)  
HYDRANAL™ - Coulomat E (Catalog Number 34726)  
GFS Chemicals® Watermark® - Vessel Solution, Pyridine-free (Catalog Number 1612)

### 9.2. ANÓLITO PARA CÉLULAS COM DIAFRAGMA

- Honeywell® HYDRANAL™ - Coulomat A (Catalog Number 34807)  
HYDRANAL™ - Coulomat AG-H (Catalog Number 34843)  
HYDRANAL™ - Coulomat AK (Catalog Number 34820)  
HYDRANAL™ - Coulomat Oil (Catalog Number 34868)  
GFS Chemicals® Watermark® - Vessel Solution, CFC Free (Catalog Number 1607)  
Watermark® - Vessel Solution, for Ketones and Aldehydes (Catalog Number 1619)  
Watermark® - Vessel Solution, for Oils (Catalog Number 5202)  
Watermark® - Vessel Solution, Pyridine-Based (Catalog Number 1622)  
JT Baker® HYDRA-POINT® - Vessel Solution, Pyridine-Free (Catalog Number 6280)  
HYDRA-POINT® - Vessel Solution, CFC Free (Catalog Number 6284)  
HYDRA-POINT® - Vessel Solution, for Ketones and Aldehydes (Catalog Number 6283)

### 9.3. ANÓLITO PARA CÉLULAS SEM DIAFRAGMA

- Honeywell® HYDRANAL™ - Coulomat AD (Catalog Number 34810)  
GFS Chemicals® Watermark® - Vessel Solution, Chloroform-Free (Catalog Number 1671)  
JT Baker® HYDRA-POINT® - Vessel Solution, Chloroform and Pyridine Free (Catalog Number 6285)

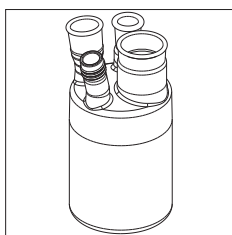
### 9.4. CATÓLITO PARA CÉLULAS COM DIAFRAGMA

- Honeywell HYDRANAL™ - Coulomat CG (Catalog Number 34840)  
HYDRANAL™ - Coulomat CG-K (Catalog Number 34821)  
GFS Chemicals® Watermark® - Generator Solution, Pyridine based (Catalog Number 1623)  
Watermark® - Generator Solution, Pyridine-free (Catalog Number 1613)  
Watermark® - Generator Solution, Universal (Catalog Number 2321)  
JT Baker® HYDRA-POINT® - Generator Solution, Pyridine-Free (Catalog Number 6281)  
HYDRA-POINT® - Generator Solution, Universal (Catalog Number 6286)

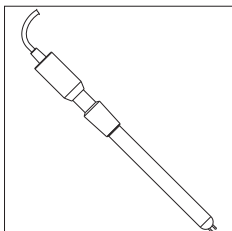
### 9.5. PADRÕES DE ÁGUA

- Honeywell® HYDRANAL™ - Water Standard 1.0 (Catalog Number 34828)  
HYDRANAL™ - Water Standard 0.1 (Catalog Number 34847)

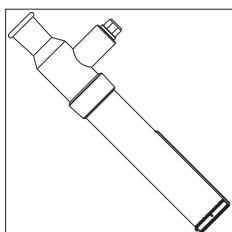
## 9.6. COMPONENTES DO TITULADOR



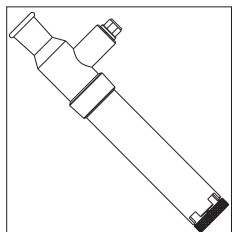
Recipiente de Titulação  
(apenas vidro)  
**HI900561**



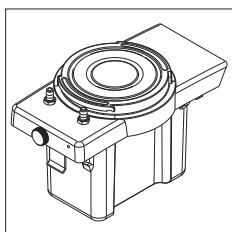
Detetor de Elétrodo  
**HI76330**



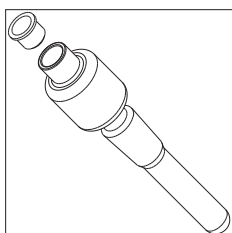
Elétrodo gerador com  
diafragma  
**HI900511**



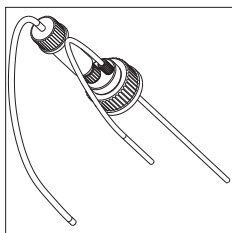
Elétrodo gerador sem  
diafragma  
**HI900512**



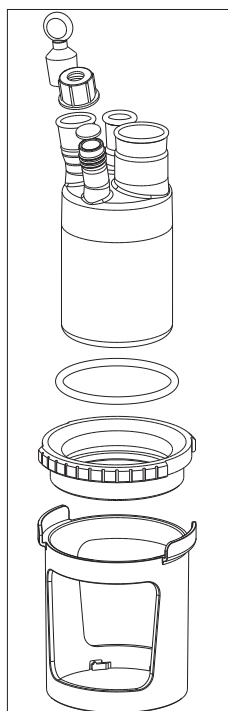
Bomba de Ar e Agitador  
Magnético para HI933/  
HI934  
**HI930180**



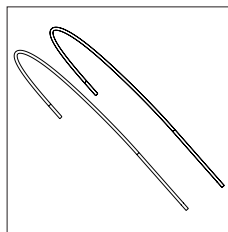
Cartucho Dessecante para  
Elétrodo gerador  
**HI900564**



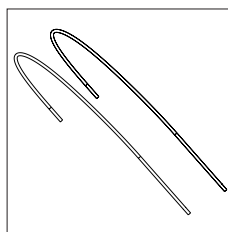
Conjunto de topo de frasco  
(com peneiras moleculares)  
**HI900537**



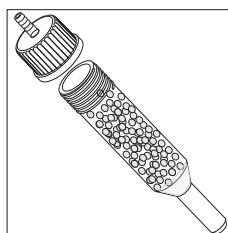
Conjunto de recipiente de  
Titulação  
**HI930560**



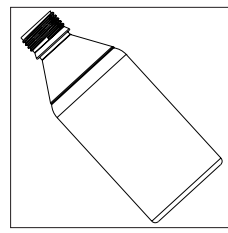
Tubos para frascos para reagente/  
Resíduos (2 un.)  
**HI900535**



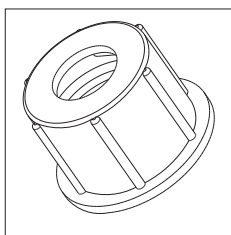
Tubos para a Bomba de Ar (2 un.)  
**HI900536**



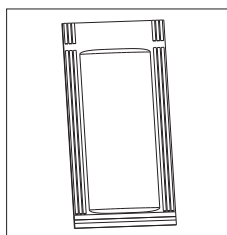
Cartucho Dessecante para Frascos  
de Reagente/ Resíduos  
**HI900538**



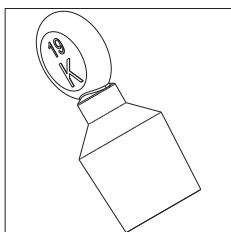
Conjunto de topo de frasco (com  
peneiras moleculares)  
**HI900534**



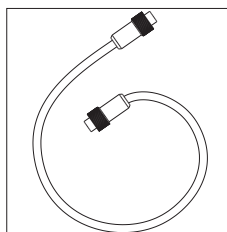
Tampa para rosca GL18  
HI900566



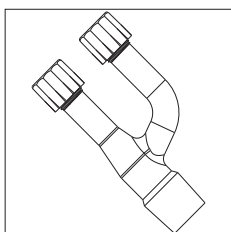
Lubrificante para junta em vidro  
HI900543



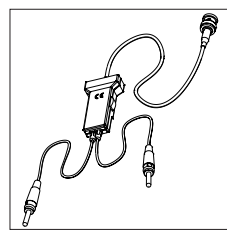
Rolha em vidro, cônica, 19  
HI900563



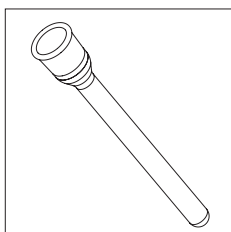
Cabo Gerador  
HI900931



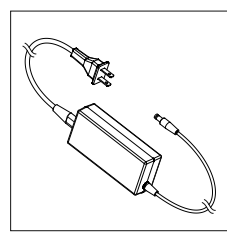
Adaptador da Troca de Reagente  
HI900568



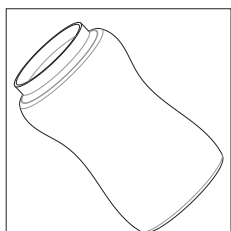
Chave de calibração  
HI900940



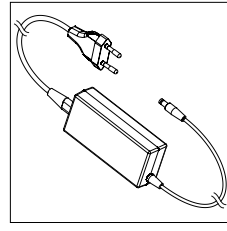
Suporte de adaptador de reagente  
HI930182



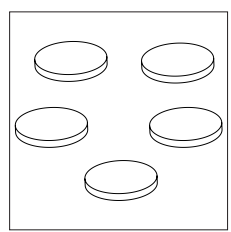
Adaptador de voltagem (ficha EUA)  
HI900946



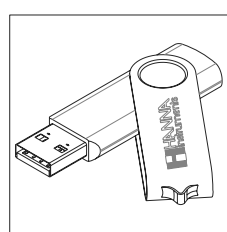
Peneiras moleculares, 150 g  
HI900551



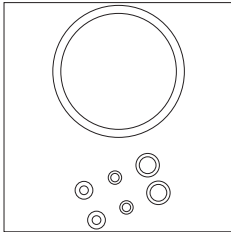
Adaptador de voltagem (ficha Europeia)  
HI900947



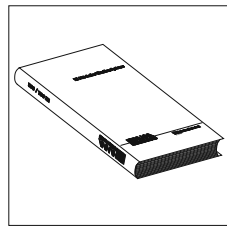
Septo (5 un.)  
HI900567



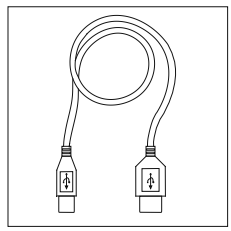
Flash Drive USB  
HI930900U



Conjunto de O-Ring  
HI900542



Capa de arquivo para manual de instruções  
HI930804



Cabo USB  
HI920013



# PARTE 3: APLICAÇÕES



## HI9001EN VALIDAÇÃO DO TITULADOR COM PADRÃO DE ÁGUA 1.0 mg/g

### DESCRIÇÃO

Método para a validação da precisão do titulador. Os resultados devem estar dentro dos limites de incerteza especificados pelo fabricante do padrão. Os resultados são expressos em **mg/g**.

### ELÉTRODO

- HI76330 Eléctrodo de duplo pino de platina
- HI900517 Gerador com diafragma -ou-
- HI900512 Gerador com diafragma




### REAGENTES

- Reagente de Uso Geral Coulométrico Karl Fischer
- Padrão de Água Líquido 1.0 mg/g



### ACESSÓRIOS

- Seringa de 3 mL (limpa e seca)
- Agulha 6" de calibre 22 (limpa e seca)
- Frasco de reagente, rosca GL45

### PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte o conjunto do topo do frasco de reagente ao frasco de reagente de acordo com o manual.
- Monte o recipiente de titulação de acordo com o manual de instruções.
- Prima  no ecrã principal. Use as teclas de setas para seleccionar Validação- Padrão 1.0 mg/g HI9001EN e prima .
- Dispense reagente suficiente do frasco de reagente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 75 mL).
- Prima a tecla  para pré-titular o reagente e a humidade do recipiente de Titulação. Aguarde até que a taxa de deriva de fundo (background) estabilize antes de prosseguir para a próxima etapa.

### ANÁLISE

- Encha a seringa e agulha com o padrão. Qualquer padrão não utilizado que permaneça na ampola deve ser eliminado para evitar a contaminação da água atmosférica.
- Pese a seringa, agulha e padrão.
- Prima . Será pedido para introduzir o tamanho da amostra.
- Dispense 1.00 g (1 mL aproximadamente) de padrão no recipiente de titulação através do septo usando a agulha.
- Assegure-se que não deixa qualquer padrão nas paredes do eléctrodo ou do copo. Se necessário, agite o recipiente de titulação suavemente com a mão para remover qualquer padrão do eléctrodo ou da parede do copo.
- Limpe a agulha de resíduos. Se a ponteira da agulha apresentar uma "gota suspensa" de padrão, mergulhe-a brevemente no reagente.
- Retire a agulha do recipiente de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa padrão adicionada (por diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e prima a tecla  para iniciar a análise.
- No final da titulação, é exibido o ecrã **Resultado da Análise da Amostra**. Os resultados são expressos em **mg/g**.

## PARÂMETROS DE MÉTODOS

Nome: Validação- 1.0mg/g Std  
 Revisão do Método: 1,0  
 Tipo: KF Coulométrico  
 Tempo de Agitação de Pré- análise: 5 Seg  
 Velocidade de Agitação: 900 RPM  
 Tipo de Agitador: Normal  
 Análise de Deriva: Automática  
 Reagente: Uso geral  
 Parâmetros da Amostra:  
   Determ. da Amostra: Normal  
   Nome da Amostra: AmostraPadrão  
   Tipo de Amostra: Massa  
   Tamanho da amostra: 1,0000 g  
 Parâmetros de Controle:  
   Velocidade da Titulação: Auto  
   Corrente Imposta: 2 uA  
   Valor do End Point: 100,0 mV  
   Modo de Corrente do Gerador: Auto  
   Média de Sinal: 2 Leituras  
 Parâmetros de Finalização:  
   Duração Máxima: 1200 Seg  
   Água Máxima Titulada: 20,000 mg  
   Critério de Finalização: Deriva Relativa  
   Deriva Relativa: 5.0 µg/min  
 Unid. dos Resultados: mg/g  
 Algarismos Significativos XXXXX

## CÁLCULOS

Titulação da Água: H<sub>2</sub>O (ug)  
 Unidades de resultado final: mg/g  
 Massa da amostra: 1,0000 g

$$\text{mg/g} = \frac{\text{water } (\mu\text{g})}{1.0000 \text{ g}} \times \left( \frac{1 \text{ mg}}{1000 \mu\text{g}} \right)$$

## RESULTADOS

Nome do Método: Validação- 1.0mg/g Std  
 Hora & Data: Abr 03, 2019 12:00  
 Tamanho da amostra: 0,9412 g  
 Valor da Deriva: 0.8 µg/min  
 Água titulada: 950.02 ug  
 Resultado: 1,0078 mg/g  
 Duração da Titulação: 01:53 [mm:ss]  
 Tipo de eletrodo do Gerador: HI900512  
 Titulação está concluída  
 Nome do Operador:  
 Assinatura do Técnico: \_\_\_\_\_

## HI9301EN DETERMINAÇÃO DA HUMIDADE NO SOLVENTE

para dissolução externa ou extração

### DESCRIÇÃO

Método para determinação da humidade no solvente de extração/dissolução. Os solventes devem ser inferiores a 1,00 mg/g, substâncias com teor de água muito baixo podem exigir solventes com menos de 0,100 mg/g. Os resultados são expressos em **ppm**.

### ELÉTRODO

- HI76330 Eléctrodo de duplo pino de platina
- HI900517 Gerador com diafragma  
-ou-
- HI900512 Gerador com diafragma




### REAGENTES

- Reagente de Uso Geral Coulométrico Karl Fischer



### ACESSÓRIOS

- Seringa de 1 mL (limpa e seca)
- Agulha 6" de calibre 22 (limpa e seca)
- Frasco de reagente, rosca GL45

### PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte o conjunto do topo do frasco de reagente ao frasco de reagente de acordo com o manual.
- Monte o recipiente de titulação de acordo com o manual de instruções.
- Prima  no ecrã principal. Use as teclas de setas para seleccionar HI9301EN Humidade no Solvente e prima .
- Dispense reagente suficiente do frasco de reagente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 75 mL).
- Prima a tecla  para pré-titular o solvente e a humidade do recipiente de titulação. Aguarde até que a taxa de deriva de fundo (background) estabilize antes de prosseguir para a próxima etapa.

### ANÁLISE

- Prepare um recipiente de extração/dissolução com solvente e mexa (consulte um método aplicável para a quantidade adequada de solvente e o tempo de agitação).
- Pare de mexer o solvente no frasco de extração/dissolução.
- Encha a seringa e agulha com o solvente de extração/dissolução.
- Pese a seringa, agulha e solvente.
- Prima . Será pedido para introduzir o tamanho da amostra.
- Dispense 1.00 g de solvente no recipiente de titulação através do septo usando a agulha.
- Assegure-se que não deixa qualquer amostra nas paredes do eléctrodo ou do copo. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação para remover qualquer solvente do eléctrodo ou da parede do copo.
- Limpe a agulha de resíduos. Se a ponteira da agulha apresentar uma "gota suspensa" de solvente, mergulhe-a brevemente no solvente.
- Retire a agulha do recipiente de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e prima a tecla  para iniciar a análise.
- No final da titulação, é exibido o ecrã **Resultado da Análise da Amostra**. Os resultados são expressos em **ppm** de água.

## PARÂMETROS DE MÉTODOS

Nome: Humidade no Solvente  
 Revisão do Método: 1,0  
 Tipo: KF Coulométrico  
 Tempo de Agitação de Pré- análise: 5 Seg  
 Velocidade de Agitação: 900 RPM  
 Tipo de Agitador: Normal  
 Análise de Deriva: Automática  
 Reagente: Uso geral  
 Parâmetros da Amostra:  
   Determ. da Amostra: Normal  
   Nome da Amostra: AmostraPadrão  
   Tipo de Amostra: Massa  
   Tamanho da amostra: 0,3055 g  
 Parâmetros de Controle:  
   Velocidade da Titulação: Auto  
   Corrente Imposta: 2 uA  
   Valor do End Point: 100,0 mV  
   Modo de Corrente do Gerador: Auto  
   Média de Sinal: 2 Leituras  
 Parâmetros de Finalização:  
   Duração Máxima: 1200 Seg  
   Água Máxima Titulada: 10,000 mg  
   Critério de Finalização: Deriva Relativa  
   Deriva Relativa: 3.0 µg/min  
 Unid. dos Resultados: ppm  
 Algarismos Significativos XXXXX

## CÁLCULOS

Titulação da Água: H<sub>2</sub>O (ug)  
 Unidades de resultado final: ppm  
 Massa da amostra: 1,0000 g

$$\text{ppm} = \frac{\text{water } (\mu\text{g})}{1.0000 \text{ g}}$$

## RESULTADOS

Nome do Método: Humidade no Solvente  
 Hora & Data: Abr 03, 2019 12:00  
 Tamanho da amostra: 0,9165 g  
 Valor da Deriva: 5.2 µg/min  
 Água titulada: 213.45 µg  
 Resultado: 598,31 ppm  
 Duração da Titulação: 03:55 [mm:ss]  
 Tipo de elétrodo do Gerador: HI900512  
 Titulação está concluída  
 Nome do Operador:  
 Assinatura do Técnico: \_\_\_\_\_

## HI9901EN ÍNDICE DE BROMO DE HIDROCARBONETOS AROMÁTICOS

### Adaptação do ASTM D1492-08

#### DESCRIÇÃO

Método para a determinação do índice de bromo de substâncias reativas ao bromo. Este método aplica-se normalmente a hidrocarbonetos aromáticos com vestígios apenas de olefinas (alcenos) e com índices de bromo inferiores a 1000. Para amostras com índice de bromo superior a 1000, recomenda-se diluir a amostra com um solvente adequado. Os resultados são expressos em **mg (Br)/100g**.

#### ELÉTRODO

- HI76330 Eléctrodo de duplo pino de platina
- HI900517 Gerador com diafragma  
-ou-
- HI900512 Gerador com diafragma

#### REAGENTES

- Reagente de Índice de Bromo coulométrico sem Mercúrio

#### ACESSÓRIOS




- Seringa de 1 mL (limpa e seca)
- Agulha 6" de calibre 22 (limpa e seca)
- Frasco de reagente, rosca GL45

#### PREPARAÇÃO DO REAGENTE



- Preparar 200 mL de solução de brometo de potássio 119 g/L, adicionar 23,8 g de brometo de potássio num balão volumétrico de 200 mL, adicionar aproximadamente 125 mL de água, agitar até dissolver e completar o volume com água desionizada ou destilada.
- Para preparar 1 L do reagente, adicionar 600 mL de ácido acético glacial, 260 mL de metanol, 140 mL de solução de brometo de potássio 119 g/L a um balão volumétrico de 1 L. Completar o volume de água desionizada ou destilada Transferir a solução para um frasco de reagente.

#### PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte o conjunto do topo do frasco de reagente ao frasco do reagente preparado.
- Monte o recipiente de titulação de acordo com o manual de instruções.

- Prima  no ecrã principal. Use as teclas de setas para seleccionar HI9901EN ÍndiceBr de Aromáticos e prima .
- Dispense reagente suficiente do frasco de reagente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 100 mL).
- Prima a tecla  para pré-titular o solvente e a humidade do recipiente de titulação. Aguarde até que a taxa de deriva de fundo (background) estabilize antes de prosseguir para a próxima etapa.

#### ANÁLISE

- Encha e pese a seringa e agulha com a amostra.
- Prima  Será pedido para introduzir o tamanho da amostra.
- Insira o Índice de Bromo Estimado. O titulador recomendará o tamanho ideal de amostra a ser adicionado ao recipiente de titulação. Dispense a quantidade fornecida do tamanho ideal da amostra no recipiente de titulação através do septo usando a agulha. Assegure-se que não deixa qualquer amostra nas paredes do eléctrodo ou do copo. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação para remover qualquer padrão do eléctrodo ou da parede do copo.
- Limpe a agulha de resíduos, retirando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Se a ponteira da agulha apresentar uma "gota suspensa" de solvente, mergulhe-a brevemente no solvente.
- Retire a agulha do recipiente de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e prima a tecla  para iniciar a análise.
- No final da titulação, é exibido o ecrã **Resultado da Análise da Amostra**. Os resultados são expressos em **mg (Br)/100g**.

## PARÂMETROS DE MÉTODOS

Nome: ÍndiceBr de Aromáticos  
 Revisão do Método: 1,0  
 Tipo: Índice de Bromo  
 Tempo de Agitação de Pré- análise: 30 Seg  
 Velocidade de Agitação: 1600 RPM  
 Tipo de Agitador: Normal  
 Análise de Deriva: Automática  
 Reagente: Reagente de ÍndiceBr  
 Parâmetros da Amostra:  
   Determ. da Amostra: Normal  
   Nome da Amostra: AmostraPadrão  
   Tipo de Amostra: Massa  
   Tamanho da amostra: 0,5000 g  
 Parâmetros de Controle:  
   Velocidade da Titulação: Lento  
   Corrente Imposta: 10 uA  
   Valor do End Point: 300,0 mV  
   Modo de Corrente do Gerador: Auto  
   Média de Sinal: 2 Leituras  
 Parâmetros de Finalização:  
   Duração Máxima: 2400 Seg  
   Bromo Máximo Consumido: 25,0 mg  
   Critério de Finalização: mV End Point  
   Tempo de Estabilidade do End Point: 40 Seg  
   Unid. dos Resultados: mg/100g  
 Algarismos Significativos XXXXX

## CÁLCULOS

Bromo Consumido: Br (mg)  
 Unidades de resultado final: mg/100g  
 Massa da amostra: 1,0000 g

$$\text{mg/100 g} = \frac{\text{bromine (mg)}}{1.0000 \text{ g}} \times 100$$

## RESULTADOS

Nome do Método: ÍndiceBr de Aromáticos  
 Hora & Data: Abr 03, 2019 12:00  
 Tamanho da amostra: 0,4978 g  
 Bromo Consumido: 1,609 mg  
 Resultado: 323.33 mg/100g  
 Duração da Titulação: 04:36 [mm:ss]  
 Tipo de elétrodo do Gerador: HI900512  
 Titulação está concluída  
 Nome do Operador:  
 Assinatura do Técnico: \_\_\_\_\_



## PARTE 4: TEORIA DA

## TITULAÇÃO



## 1. TEORIA DA TITULAÇÃO

### 1.1. INTRODUÇÃO ÀS TITULAÇÕES

Uma titulação é um procedimento quantitativo, volumétrico, usado na química analítica para determinar a concentração de um analito (a espécie a ser medida) numa solução. A concentração do analito é determinada adicionando lentamente um titulante (reagente) à solução. À medida que o titulante é adicionado, ocorre uma reação química entre o titulante e o analito. As reações da titulação são relativamente reações simples e rápidas, que podem ser expressas usando uma equação química. A reação da titulação continua à medida que é adicionado o titulante, até que todo o analito seja consumido e que o analito reaja completa e quantitativamente com o titulante.

O ponto no qual todo o analito já reagiu é designado por ponto de equivalência, também conhecido como o ponto final estequiométrico. Este ponto é acompanhado por uma mudança física abrupta na solução, que define com precisão o ponto final da reação. A alteração física associada ao ponto final da titulação pode ser produzida pelo titulante ou por um indicador e pode ser detetada visualmente ou por outra medição física.

As titulações não podem ser usadas para determinar a quantidade de todos os analitos. A reação química entre o titulante e o analito devem satisfazer quatro requisitos:

- A reação deve ser rápida e ocorrer no espaço de aproximadamente um segundo após ser adicionado o titulante.
- A reação deve ser concluída.
- A reação deve possuir uma estequiometria reconhecida (rácios de reação).
- Um endpoint ou um ponto de inflexão convenientes.

As titulações são altamente precisas e podem oferecer muitas vantagens em relação a métodos alternativos. As titulação realizam-se rapidamente e requerem procedimentos e instrumentos relativamente simples.

### 1.2. USO DAS TITULAÇÕES

As titulações podem ser usadas em muitas aplicações, incluindo:

- Conteúdo ácido de afluentes industriais, alimentos (ex.: queijo e vinho), galvanização e banhos químicos, produtos petrolíferos, indústria farmacêutica.
- Conteúdo base de fertilizantes (com amônia), lixívia, minerais.
- Dureza na água.
- Conteúdo metálico de ligas, minerais, minérios, argilas, águas, galvanização, tintas, papel, materiais vegetais, fluídos biológicos e produtos petrolíferos.
- Conteúdo de humidade em produtos alimentares, petroquímicos, produtos farmacêuticos e plásticos
- Concentrações de reagente redox, como o cloro disponível na água potável, peróxido, vestígios de oxidantes e redutores em alimentos, redutores em água de caldeiras a alta temperatura ou alta pressão e na análise de vitaminas.

### 1.3. VANTAGENS E DESVANTAGENS DAS TITULAÇÕES

Algumas das vantagens das titulações como técnica analítica são:

- Resultados mais precisos que a maioria dos métodos instrumentais, como medições por elétrodos, a precisão da medição é de até 0.1 %
- Métodos simples, custos razoáveis e formação fácil
- Adequadas para a medição dos principais componentes de uma mistura ou produto
- A automação pode reduzir o tempo e trabalho despendido em cada análise

Algumas desvantagens das titulações são:

- O tempo que é necessário para preparar os padrões e os titulantes
- É necessária uma boa técnica para atingir resultados precisos (é necessária formação e prática)
- Não é adequada para determinar vestígios de componentes ou componentes menores de uma mistura ou produto
- Gama dinâmica limitada, pode requerer preparação de amostras adicionais (diluição) e a repetição das análises

## 2. TIPOS DE TITULAÇÃO

### 2.1. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O MÉTODO DE MEDIÇÃO

#### 2.1.1. TITULAÇÃO AMPEROMÉTRICA

Uma titulação amperométrica realiza-se colocando dois elétrodos (frequentemente um eletrodo de iões seletivos em metal e um eletrodo de referência) na solução amostra e manter o potencial do eletrodo em metal numa voltagem selecionada. A corrente que flui, devido à oxidação e redução de um reagente ou produto, é analisada vs. o volume de titulante para fornecer a curva de titulação e localizar o ponto de equivalência. As alterações à corrente devem-se às alterações na concentração de uma espécie particular (sendo oxidadas ou reduzidas no eletrodo).

Geralmente, a reação entre o analito e o titulante forma uma nova espécie. Dependendo da titulação, os reagentes são eletro-ativos e os produtos não o são, ou vice-versa. As curvas de titulação amperométrica parecem-se com duas linhas que se intersectam no ponto de equivalência, isto deve-se à alteração da eletro-atividade da solução.

Muitos iões de metal podem ser titulados amperometricamente utilizando uma reação de precipitação, complexação ou redox. Alguns iões de metal e espécies que podem ser determinados deste modo incluem prata, bário, haletos, potássio, magnésio, paládio, sulfato, bismuto, cádmio, fluoreto, índio, tálio, iodo e ouro.

A Figura 1 apresenta quatro titulações amperométricas e os seus pontos finais. No gráfico **A**, o analito está eletro-ativo e fornece corrente, mas a espécie reagida não. No **B**, o reagente não está ativo, mas o titulante está. No **C**, ambos o titulante e analito estão ativos e ambos fornecem fluxo de corrente. O gráfico **D**, apresenta a mesma situação que o **B**; no entanto, a corrente possui um sinal oposto (o titulante é reduzido).

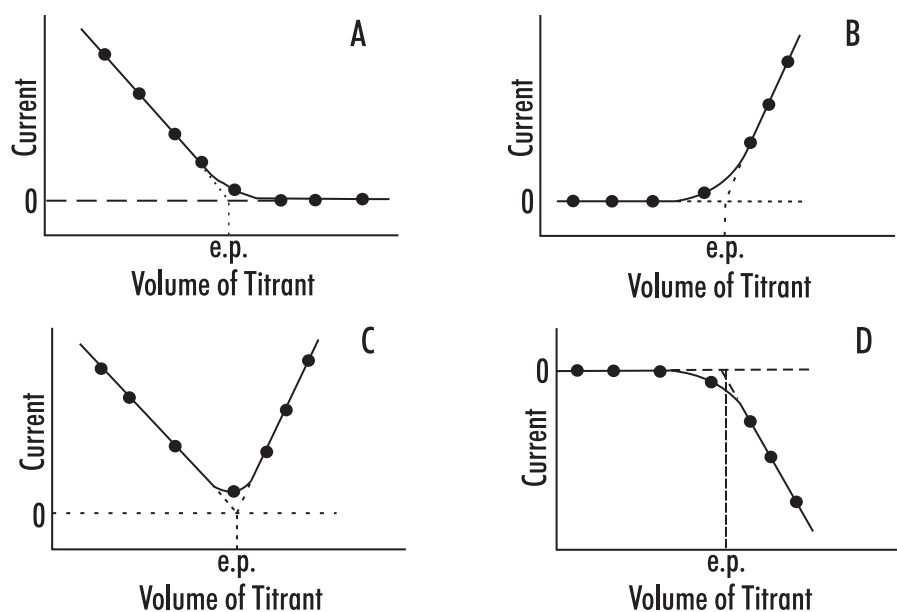


Figura 1

#### 2.1.2. TITULAÇÕES POTENCIOMÉTRICAS

As titulações potenciométrica são realizadas medindo a voltagem da solução, utilizando um sistema de eletrodo. Um sistema de eletrodo consiste num eletrodo indicador e um eletrodo de referência. À medida que é adicionado o titulante, as variações no potencial do eletrodo indicador, em relação ao eletrodo de referência, são monitorizadas para apresentar o progresso da titulação.

A potencimetria é a medição de um potencial sob condições de zero fluxo de corrente. O potencial medido pode, então, ser utilizado para determinar a quantidade analítica de interesse, geralmente uma concentração de componente da solução analítica.

O potencial que se desenvolve na célula electrolítica é o resultado na alteração de energia livre que ocorrerá se o fenómeno químico prosseguisse até ser satisfeita a condição de equilíbrio.

Existem muitos tipos de titulação onde a potenciometria pode ser utilizada, como eléctrodos de pH para titulações ácido-base, eléctrodos de ORP em platina para titulações redox, eléctrodos de iões seletivos, como cloreto ou fluoreto para uma titulação de um ião específico e eléctrodos de prata para titulações argentométricas (à base de prata).

### 2.1.3. TITULAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA

O nome deriva do método utilizado para detetar o ponto final da titulação, não da sua química. Os indicadores altamente coloridos que alteram de cor durante o curso da titulação estão disponíveis para muitas titulações. Podem ser obtidos dados mais precisos sobre a curva de titulação se a absorção de luz for monitorizada instrumentalmente usando uma fonte de luz, um monocromador simples e um fotodetector, em vez de determinar visualmente a alteração da cor ou da absorção da luz. A absorção da luz por um indicador ou por um dos reagentes ou produtos pode ser utilizada para monitorizar a titulação.

A Figura 2 apresenta duas curvas de titulação. No gráfico **A** a absorção de um complexo metal-indicador está a ser monitorizada. A absorção é constante enquanto o metal é complexado pelo titulante EDTA. O complexo indicador de metal foi removido, provocando uma quebra acentuada na curva de titulação. O ponto onde todo o metal é complexado e destituído de indicador é o ponto de equivalência. Este ponto é assinalado por "e.p." no gráfico.

Na segunda curva de titulação, gráfico **B**, o complexo de metal está a ser medido enquanto está a ser titulado com EDTA. O novo complexo que se está a formar não é colorido e não absorve a luz. A intersecção extrapolada das duas linhas determina o ponto de equivalência.

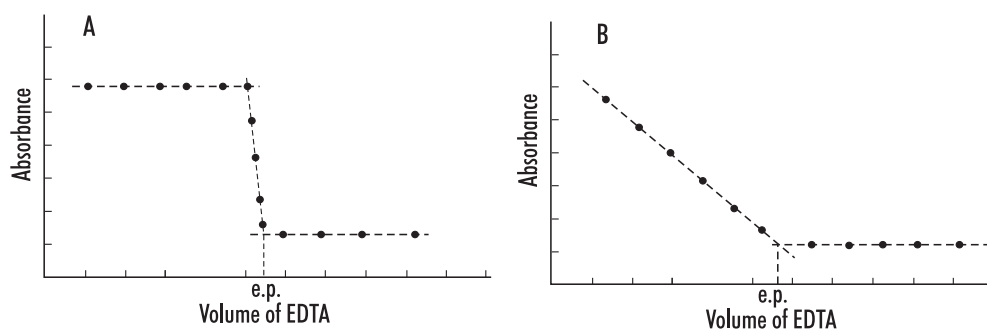


Figura 2

## 2.2. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O TIPO DE REAÇÃO

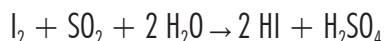
### 2.2.1. TITULAÇÕES KARL FISCHER

Este método baseia-se numa reação química bem definida entre a água e o reagente Karl Fischer. A química fornece uma especificidade excelente para a determinação da água. O método pode ser utilizado para determinar água livre e ligada numa matriz de água. O método Karl Fischer é amplamente considerado como o que produz resultados mais rápidos, precisos e reproduzíveis e possui a maior gama de concentração detetável, abrangendo de 1 ppm a 100%.

A determinação do conteúdo de água é um dos métodos mais comumente realizados em laboratórios em todo o mundo. O conhecimento do conteúdo de água é crítico para compreender as propriedades físicas e químicas dos materiais e avaliar a qualidade dos produtos. A determinação do conteúdo da água é realizada em muitos tipos de amostra incluindo produtos farmacêuticos e cosmética, produtos alimentares e naturais, compostos orgânicos e inorgânicos, químicos, solventes e gases, petróleo e produtos plásticos, assim como tintas e colas. O método KF é verificável e pode ser completamente documentado. Como resultado. A titulação Karl Fischer é o método padrão para a análise de água em várias amostras, como especificado por várias organizações, incluindo a Association of Official Analytical Chemists, a Pharmacopoeia Europeia e dos EUA, ASTM, American Petroleum Institute, British Standards e DIN.

### 2.2.1.1. HISTORIAL DAS TITULAÇÕES KARL FISCHER

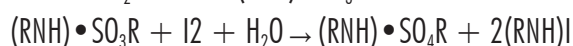
A determinação da água pela titulação de Karl Fischer é baseada na reação descrita por Bunsen em 1853 na qual o dióxido de enxofre é oxidado pelo iodo na presença de água.



No artigo de 1935 de Karl Fischer, “um novo procedimento para a titulação da água”, este apresentou uma forma modificada da reação de Bunsen adaptada para uso na determinação do teor de água de soluções não aquosas. As suas titulações foram conduzidas em metanol na presença de excesso de dióxido de enxofre e piridina para neutralizar os produtos ácidos da reação e conduzir a reação até a conclusão.



Desde então, dois desenvolvimentos chave levaram à descrição atualmente aceita da reação de Karl Fischer. Em primeiro, a piridina atua como uma solução padrão de pH e não desempenha um papel direto na reação. O que permitiu que os formuladores de reagentes substituíssem a piridina por bases que são menos tóxicas e resultam em gamas de pH que facilitam titulações mais rápidas e precisas. Em segundo lugar, a espécie que reage com a água não é o dióxido de enxofre, mas o íon monometilsulfito resultante da reação entre o dióxido de enxofre e o metanol. Posteriormente, os técnicos mostraram que álcoois superiores podem ser usados em vez do metanol. A reação de Karl Fischer pode, portanto, ser descrita pela seguinte sequência de reação generalizada na qual as espécies  $H_2O$ ,  $I_2$ ,  $SO_2$  e RN reagem numa estequiometria 1:1:1:3.



A taxa máxima da reação de Karl Fischer é alcançada entre a gama de pH de 5,5 a 8, onde todo o dióxido de enxofre está disponível como sulfito de metila. Se o pH for inferior a 5, a taxa de reação diminui e o endpoint da titulação torna-se cada vez mais difícil de alcançar. Se o pH exceder 8, as reações colaterais começam a ocorrer entre o iodo e os íons de hidróxido ou metilato, alterando a estequiometria da titulação.

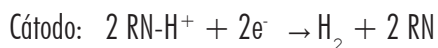
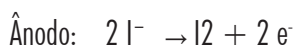
Enquanto que os solventes que não contêm álcoois podem ser usados para análise Karl Fischer, estes têm também um efeito na estequiometria da reação. Quando os álcoois não estão presentes, a reação assemelha-se à estequiometria da reação de Bunsen, onde o rácio de consumo de água para iodo é de 2:1. Em solventes contendo álcoois superiores, proporções irregulares podem ser observadas devido às habilidades relativas dos álcoois superiores para formar o éster sulfito que reage com a água. Os problemas resultantes da variação na estequiometria induzida pelo solvente não são normalmente encontrados durante a análise de rotina por dois motivos. Em primeiro lugar, a padronização do titulante e a análise da amostra são realizadas no mesmo meio de titulação e nas mesmas condições, compensando efetivamente qualquer variação no comportamento da reação. Em segundo, a maioria dos sistemas de reagentes Karl Fischer são formulados para suportar a estequiometria de reação KF padrão.

### 2.2.1.2. TITULAÇÕES VOLUMÉTRICAS KARL FISCHER

Nas titulações volumétricas de Karl Fischer, o iodo para a reação de Karl Fischer é introduzido através do titulante. Este método é adequado para teores de água mais altos, de 100 ppm a 100%. Os outros componentes da reação (dióxido de enxofre, base, álcool) podem ser introduzidos pelo titulante (sistema de um componente) ou pelo solvente (sistema de dois componentes). Os sistemas de reagentes de um componente podem utilizar um solvente personalizado ou uma mistura de solventes, pois todos os componentes da reação Karl Fischer estão no titulante. No entanto, os reagentes de um componente não são muito estáveis, têm uma vida útil curta e velocidades de titulação mais lentas. Por outro lado, os sistemas de reagentes de dois componentes são estáveis, têm vida útil longa e velocidades de titulação mais rápidas.

### 2.2.1.3. TITULAÇÕES COULOMÉTRICAS KARL FISCHER

Nas titulações coulométricas de Karl Fischer, o iodo para a reação de Karl Fischer é gerado eletroliticamente dentro do recipiente de titulação. Este método é adequado para teores de água mais baixos, de 1 ppm a 5%. O gerador consiste em dois elétrodos: um ânodo e um cátodo. A reação que ocorre em cada um pode ser resumida da seguinte forma:



O iodo que é gerado no ânodo reage com a água da amostra de acordo com a reação de Karl Fischer. A quantidade de água que reage durante uma titulação pode ser calculada com base na carga total que passou pelo gerador. De acordo com a reação de Karl Fischer (em solventes próticos), 1 mol de água é titulado por 1 mol de iodo. De acordo com a reação anódica acima, 1 mol de iodo é gerado com 2 mols de elétrões. A constante de Faraday afirma que 1 mol de elétrões equivale a 96.485 coulombs (C) de eletricidade. Portanto, 96485 coulombs farão com que 0,5 moles de água sejam titulados, ou 1 coulomb equivale a 93,36  $\mu\text{g}$  de água:

$$1 \text{ C} \times \frac{1 \text{ mol e}^-}{96485 \text{ C}} \times \frac{1 \text{ mol I}_2}{2 \text{ mol e}^-} \times \frac{1 \text{ mol H}_2\text{O}}{1 \text{ mol I}_2} \times \frac{18.015 \text{ g H}_2\text{O}}{1 \text{ mol H}_2\text{O}} \times \frac{1000000 \mu\text{g}}{1 \text{ g}} = 93.36 \mu\text{g H}_2\text{O}$$

A quantidade de corrente que passa pelo gerador pode ser medida com facilidade e precisão pela eletrônica do titulador. As titulações Coulométricas Karl Fischer são consideradas absolutas, não sendo necessária padronização. Os padrões de água podem ser titulados como uma verificação do sistema para garantir o funcionamento adequado do mesmo.

#### 2.2.1.3.1. ELÉTODOS GERADOR COM DIAFRAGMA

Os primeiros tituladores coulométricos Karl Fischer usavam uma célula de diafragma. Neste design, o ânodo e o cátodo do gerador são separados por um diafragma normalmente feito de vidro poroso. O diafragma evita que o iodo gerado no ânodo seja reduzido no cátodo, o que pode causar falsas determinações de água alta. O compartimento do ânodo contém os componentes da reação de Karl Fischer (dióxido de enxofre, metanol, base) e sais de iodeto para a geração de iodo molecular. O compartimento do cátodo contém uma fonte de íões de hidrogênio, normalmente sais de amônio.

As titulações de diafragma apresentam algumas desvantagens. A primeira desvantagem são as elevadas taxas de deriva que ocorrem devido à humidade acumulada no interior do católito. Uma vez que a reação de Karl Fischer ocorre apenas no compartimento do ânodo, a humidade dentro do católito não pode ser eliminada por pré-titulação. Em vez de ser pré-titulada, a humidade dentro desse católito se difundirá lentamente pelo diafragma durante a análise de deriva e análise de amostra, e aumentará a taxa de deriva aparente. A segunda desvantagem é o risco de obstrução ou contaminação do diafragma. As substâncias na matriz da amostra podem entupir o diafragma, ou então os sais podem-se precipitar dentro do diafragma. Um diafragma entupido impedirá a migração de íões que, em casos graves, bloqueará a reação eletrolítica do gerador. A terceira desvantagem é a dificuldade na limpeza. O diafragma não absorve ou drena o fluido rapidamente, tornando a limpeza muito demorada. O próprio compartimento do cátodo também não é muito acessível para limpeza.

#### 2.2.1.3.2. ELÉTODOS GERADOR SEM DIAFRAGMA

Para superar as desvantagens das titulações de diafragma, os sistemas de titulação sem diafragma foram feitos através da modificação do projeto do gerador e modificação do reagente. A superfície do cátodo é muito menor em comparação com o ânodo, permitindo que o iodo gerado reaja antes de possivelmente atingir o cátodo. O reagente também é modificado para evitar a formação de compostos de enxofre oxidáveis.

A titulação sem diafragma apresenta taxas de deriva muito baixas e fácil manutenção da célula, mas existem várias desvantagens. Em primeiro lugar, as reações colaterais são propensas a ocorrer particularmente em taxas de titulação mais lentas. Portanto, as amostras com teores de água muito baixos podem sofrer de falsas concentrações altas. Em segundo lugar, os compostos que são facilmente reduzidos reagirão no cátodo e produzirão água, causando falsas altas concentrações. Esses compostos incluem compostos nitro, hidrocarbonetos insaturados e determinados metais.

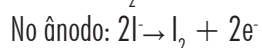
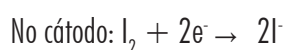
#### 2.2.1.4. INDICADOR VISUAL DAS TITULAÇÕES KARL FISCHER

Os métodos visuais, originalmente usados por Karl Fischer, são de aplicação limitada, exigem alto grau de competência e tornaram-se obsoletos pela indicação eletrométrica. Para uma indicação visual bem-sucedida, as amostras de titulação devem ser incolores. Além de que, a coloração da solução varia entre os meios de titulação polares e não polares.

Após o ponto de equivalência de titulação, toda a água na solução de titulação reagiu. A próxima gota de titulante adicionada à solução após o ponto de equivalência contém iodo que permanecerá na solução de titulação. Depois disso, a concentração de iodo na solução de titulação aumenta e a solução desenvolve uma cor amarela e eventualmente castanha. Mesmo para um técnico experiente, é difícil gerar coloração final reprodutível entre titulações sucessivas.

#### 2.2.1.5. INDICAÇÃO ELETROMÉTRICA DAS TITULAÇÕES KARL FISCHER

A indicação biamperométrica e bivoltamétrica são os dois tipos de métodos de detecção eletrométrica vulgarmente usados para a indicação de titulações Karl Fischer. Ambos os métodos usam um pino de platina dupla ou um eletrodo de anel de platina duplo para detectar o excesso de iodo numa solução de titulação. Após o ponto de equivalência de titulação, toda a água na solução de titulação reagiu. A próxima dose de titulante adicionada à solução contém iodo, que reage no eletrodo de acordo com as reações abaixo.



O excesso de iodo é facilmente reduzido no cátodo e o iodeto resultante é oxidado no ânodo.

Ambos os métodos eletrométricos de indicação dependem de elétrons (corrente) sendo transportados através de uma solução de titulação pelas reações de oxidação-redução descritas acima. A indicação biamperométrica envolve monitorizar o fluxo de corrente através da solução de titulação enquanto uma voltagem constante é aplicada através dos elementos de platina do eletrodo. Quando a água está presente na solução de titulação e não há excesso de iodo, apenas uma corrente mínima flui entre os elementos do eletrodo. Após o ponto de equivalência, quando o iodo está presente, o fluxo de corrente aumenta para alguns  $\mu A$ .

A indicação bivoltamétrica envolve a medição da tensão necessária para manter um fluxo de corrente constante entre os elementos do eletrodo. Uma pequena corrente direta ou alternada chamada corrente de polarização ( $I_{pol}$ ) é aplicada entre os pinos ou anéis do eletrodo, e a tensão resultante é medida para monitorizar o progresso da titulação.

As curvas de titulação em forma de L (figura 3) são geradas para ambos os métodos plotando a corrente ou a tensão do eletrodo em relação ao volume de titulante adicionado durante a titulação.

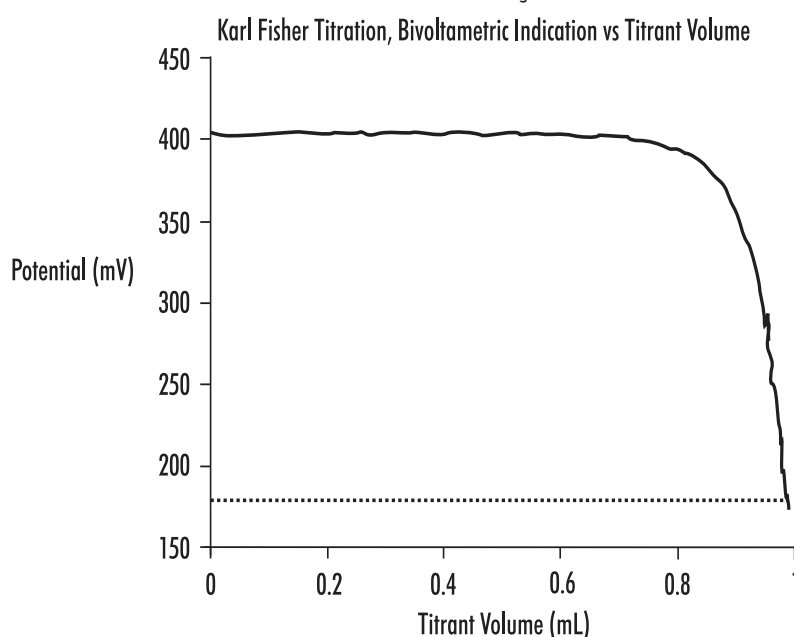


Figura 3

Os métodos eletrométricos resultam em titulação excessiva ou titulação além do ponto de equivalência, onde o excesso de iodo está presente na solução de titulação. A titulação além do ponto de equivalência é aceitável por duas razões. Primeiro, devido à sensibilidade dos métodos eletrométricos, as titulações são sempre realizadas ao mesmo, leve excesso de iodo resultando em titulações altamente reprodutíveis. Em segundo lugar, a precisão das titulações electrometricamente indicadas não é afetada pela sobretitulação porque o leve excesso de iodo foi considerado durante a padronização do titulante.

### 2.2.2. TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE

As titulações ácido-base são o tipo de titulação mais comum. Baseiam-se numa reação entre um ácido e uma base, uma neutralização estequiométrica ou a troca de prótons. Virtualmente, todas as titulações ácido-base são realizadas utilizando um ácido forte ou uma base forte como titulante. O ponto final de uma titulação realizada com um ácido fraco ou com uma base fraca seria difícil de determinar devido a uma alteração pequena no pH no ponto de equivalência. Os indicadores químicos são muitas vezes utilizados para determinar o endpoint (ponto final). O indicador irá alterar a cor, o que significa que foi atingido o final da titulação. Quando se escolhe o indicador apropriado, deve escolher-se um que possua um  $pK_a$  o mais próximo do ponto final da titulação possível. A região de alteração de cor do indicador é normalmente de  $\pm 1$  unidade de pH à volta do  $pK_a$ . A curva de titulação teórica é útil para ilustrar como a solução mudará durante a titulação real e permitir a seleção adequada de um ponto final ou indicador.

A Figura 4 apresenta uma curva de titulação tradicional. A curva é obtida traçando o valor de pH em relação ao volume de NaOH adicionado.

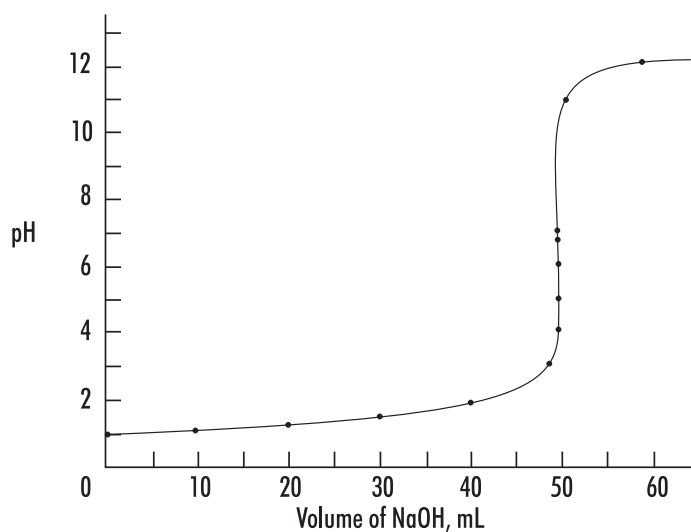


Figura 4

### 2.2.3. TITULAÇÃO ARGENTOMÉTRICA

As titulações argentométricas utilizam prata (nitrato) como titulante e são, geralmente, titulações de precipitação, uma vez que muitos sais de prata são insolúveis. Estas titulações são normalmente utilizadas para titular e determinar a concentração de brometo, cloreto, cianeto, iodeto e sulfureto.

As titulações argentométricas podem ser feitas com o indicador de Mohr. Depois de reagido todo o cloreto, um precipitado de cromato de prata avermelhado é formado ou a titulação pode ser facilmente seguida com um ISE de prata (ou ISE de cloreto para titulações de cloreto) e um eletrodo de referência.

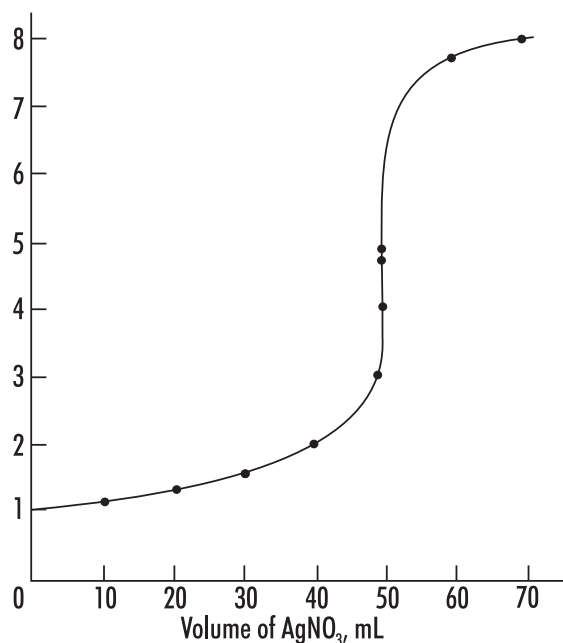


Figura 5

A Figura 5 apresenta a titulação de 50 mL de 0.1N NaCl com 0.1N AgNO<sub>3</sub>. O sinal potenciométrico é de um ISE de Cloreto e é analisado com pCl (- registro [Cl<sup>-</sup>]).

#### 2.2.4. TITULAÇÕES COMPLEXOMÉTRICAS

Um complexo é uma espécie onde um íon de metal central é unido por ligação covalente a um ou mais eletrões, originando grupos denominados ligandos. Numa titulação complexométrica, os íões de metal são titulados utilizando um titulante que se liga fortemente a eles. Frequentemente, estes titulantes contém EDTA ou CDTA, ligandos multidentados que formam compostos de coordenação muito estável com íões de metal. A reação de complexação deve ser rápida para ser útil para a titulação direta. Alguns íões de metal reagem demasiado lentamente com a EDTA para titulação direta. Pode ser utilizado um elétrodo indicador que responde ao íon de metal para monitorizar o progresso de titulação. A curva de titulação aparecerá de modo semelhante a uma titulação potenciométrica normal. Os indicadores de complexação alteram de cor no ponto final, uma vez que todos os íões de metal são "consumidos" ou complexados pelo titulante. A curva de titulação aparecerá de modo semelhante a uma titulação potenciométrica quando se utiliza um elétrodo indicador que responde ao íon de metal (ver Figura 6).

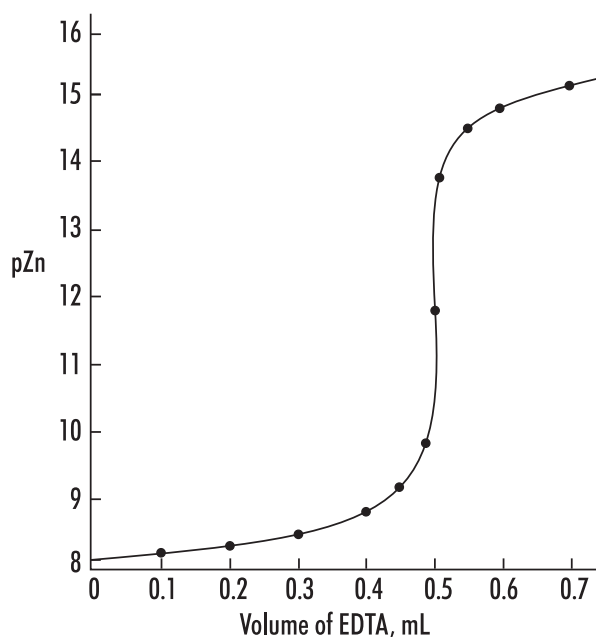


Figura 6

### 2.2.5. TITULAÇÃO DE IÕES SELETIVOS

A titulação de iões seletivos mais popular é a titulação ácido-base. A concentração de ião de hidrogénio é especificamente medida e monitorizada durante o processo de titulação para localizar o ponto de equivalência. Usando um elétrodo de iões seletivos (ISE) como o elétrodo indicador, o sinal potenciométrico (em mV) é utilizado para seguir diretamente uma concentração de iões específica (ou atividade).

Os exemplos de titulações ISE incluem titulação de fluoreto com um titulante de alumínio utilizando um ISE de cloreto, cloreto com nitrato de prata utilizando um ISE de cloreto, sódio com um ISE de sódio, etc. O ponto de equivalência pode ser determinado analisando o valor de mV vs. a quantidade de titulante adicionado.

### 2.2.6. TITULAÇÕES ÁCIDO-BASE COM SOLVENTES NÃO AQUOSOS

Os solventes não aquosos devem ser utilizados para titular ácidos e bases muito fracos devido ao inerente efeito nivelador que a água possui sobre todos os ácidos e bases dissolvidos nela. Vários ácidos e bases fracos podem ser titulados usando solventes não aquosos. As misturas de ácidos ou bases podem ser frequentemente analisados individualmente, com uma única titulação sequencial.

#### 2.2.6.1. TITULAÇÃO DE ÁCIDOS

Os ácidos fracos com  $pK_a$  de cerca de 11 podem ser titulados em solventes não aquosos. Estes incluem ácidos carboxílicos, enóis, fenóis, imidas, ácido sulfónico e ácidos inorgânicos. A água ou álcoois mais baixos são adequados para a titulação de ácidos médio a fortes ( $pK_a$  inferior a 5). A titulação de um ácido mais fraco com um titulante base forte requer um solvente menos ácido que a água ou etanol/metanol. Os solventes como a acetona, acetonitrila, t-butil álcool, dimetilformamida, isopropanol e piridina funcionam bem para titulações ácido-base de ácidos/bases fortes, médios e fracos. Os titulantes incluem hidróxido de potássio alcoólico e vários alcóxidos de sódio ou potássio numa mistura de 10:1 de benzeno/metanol. Os melhores titulantes são hidróxidos de amónio quaternários (como hidróxido tetrabutilamónio) devido à boa solubilidade dos sais tetralquilamónio dos ácidos titulados e da curva de titulação potenciométrica obtida (ver a Figura 7)

#### 2.2.6.2. TITULAÇÃO DE BASES

Bases fracas com  $pK_b$  de cerca de 11 que não ionizam com água, podem ser tituladas em solventes não aquosos. Estas bases incluem aminas alifáticas e aromáticas, heterocíclicos de azoto básicos, metal alcalino e sais de amina de ácidos e muitos outros compostos orgânicos básicos. A titulação de uma base fraca com um titulante ácido forte requer um solvente básico que seja o mais fraco possível. A água e os álcoois permitem a titulação de bases com força média como aminas alifáticas ( $pK_b = 4$  to  $5$ ), mas não a titulação de bases mais fracas, como piridina ( $pK_b = 8.8$ ). O ácido acético glacial funciona bem com bases fracas, mas foi utilizado extensivamente. Os solventes menos básicos, como a acetona, acetonitrila, e nitrometano prolongam a gama de compostos tituláveis.

O ponto final de titulações não-aquosas é usualmente determinado potenciometricamente, utilizando um elétrodo de pH em vidro, um elétrodo de calomel ou um elétrodo de referência com junção dupla, com uma junção de referência de baixo fluxo. As boas curvas de titulação são obtidas na maioria dos solventes, exceto aqueles com constantes dielétricas muito baixas, como o benzeno, clorofórmio e outros, quando a alta resistência elétrica dos solventes provoca potenciais instáveis.

### 2.2.7. TITULAÇÃO DE PRECIPITAÇÃO

As titulações de precipitação permitem uma análise mais rápida em comparação com as análises gravimétricas antigas, onde um precipitado é formado, filtrado, seco e pesado para analisar um composto. Normalmente, os haletos de prata, tiocianato de prata e alguns sais de mercúrio, chumbo e zinco são titulados utilizando este método. As reações químicas devem formar um sal insolúvel e precipitar rapidamente para poderem ser analisadas utilizando este método. Quando a reação não é rápida, pode ser utilizada uma retro-titulação. É adicionado um excesso medido do reagente precipitado (titulante) para forçar a ocorrência da reação e, em seguida, o titulante não reagido é titulado com uma solução padrão de outro reagente.

### 2.2.8. TITULAÇÕES REDOX

Podem ser utilizadas várias reações de oxidação-redução para determinar uma concentração desconhecida através da titulação. Se a reação se encaminha para a conclusão, é rápida e tem um sinal analítico para a seguir, e pode ser realizada uma titulação. O termo "rápido" significa que cada adição de titulante é reagida completamente e o eletrodo sensível consegue detectar a alteração na solução em menos de um segundo (veja Figura 8).

As titulações redox são titulações potenciométricas onde o sinal mV de um eletrodo combinado de ORP (redox) (usualmente com um eletrodo indicador em platina) é utilizado para seguir a reação do oxidante/redutor. O potencial do eletrodo é determinado pela equação Nernst e é controlado pelo rácio redutor do oxidante.

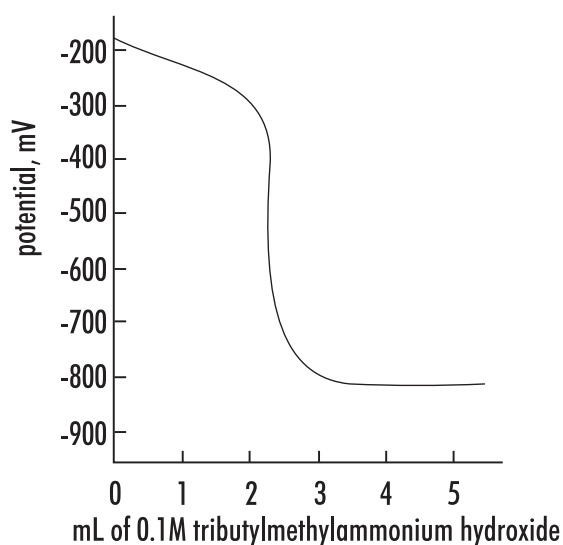


Figura 7

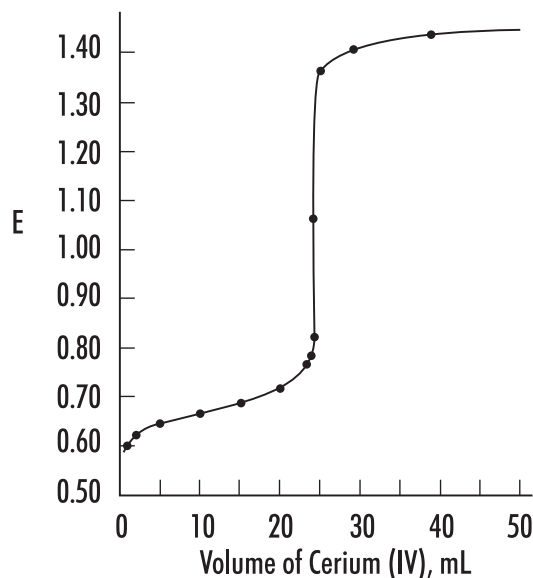


Figura 8

Também estão disponíveis indicadores visuais como Ferroína. A forma oxidada e reduzida do indicador terão cores diferentes e podem ser utilizadas para determinar o Ponto final.

Vários redutores podem ser determinados por titulantes com oxidantes, como permanganato de potássio, cromato de potássio ou iodo. Os redutores normalmente utilizados como titulantes incluem o tiosulfato de sódio e sulfato de amônio ferroso.

Assim como nas titulações ácido-base, o potencial muda dramaticamente no ponto de equivalência.

### 2.3. TITULAÇÕES DE ACORDO COM A SEQUÊNCIA DE TITULAÇÃO

#### 2.3.1. RETRO-TITULAÇÕES

As retro-titulações são normalmente usadas quando uma reação é demasiado lenta para ser atingida diretamente. Durante uma titulação "direta", onde a reação se conclui em alguns segundos. Numa retro-titulação é adicionada à solução da amostra um grande excesso de reagente, ajudando a que uma reação lenta chegue à conclusão. O excesso de reagente, não reagido, é titulado. A diferença entre o volume total do primeiro reagente adicionado e a quantidade determinada da segunda titulação é a quantidade de reagente necessária para completar a primeira reação.

#### 2.3.2. TITULAÇÃO DE ENDPOINT (PONTO FINAL) MÚLTIPLO

Sob certas condições, pode apresentar mais do que um ponto de equivalência e pode ser titulável para os pontos finais individuais para determinar a concentração de cada componente individual. Os exemplos destes tipos de titulação incluem ácido-base (onde estão misturadas diferentes forças de ácidos ou bases), redox (onde cada espécie possui diferentes potenciais de redução), complexométrica (onde diferentes espécies são tituláveis separadamente), e ácido-base utilizando ácido poliprótico (o pKa dos diferentes prótons varia o suficiente para os separar).

A Figura 9 apresenta 3 tipos diferentes de titulações de ponto final múltiplo. O gráfico **A** indica a titulação de um ácido poliprótico. Podem ser determinadas as diferentes forças ácidas do primeiro e segundo próton. O gráfico **B** ilustra uma mistura de duas espécies redox de metal, onde os diferentes potenciais redox permitem que as espécies sejam separadas. O gráfico **C** é a titulação de uma solução que contém ácidos fortes, fracos e muito fracos.

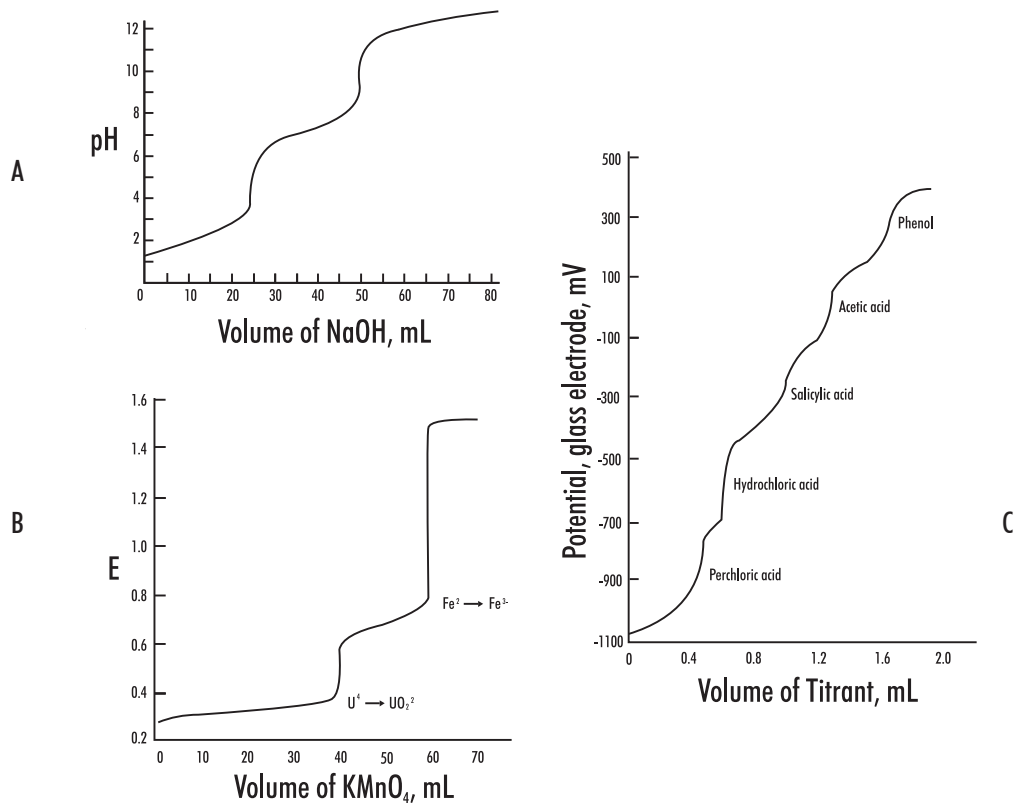


Figura 9

### 3. PROCEDIMENTO DE TITULAÇÃO

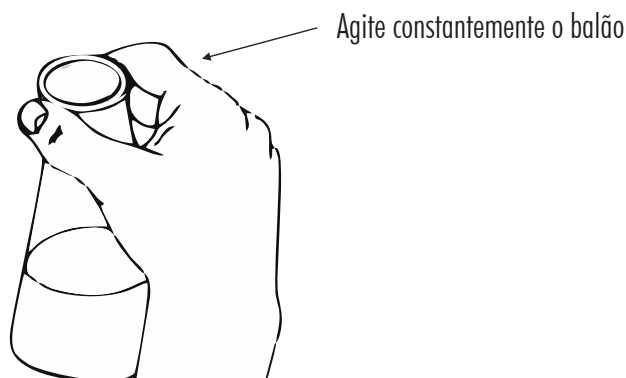
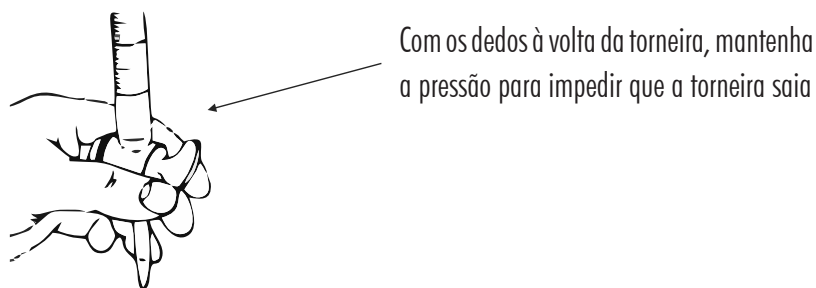
#### 3.1. TITULAÇÃO MANUAL

Os materiais necessários para a titulação manual incluem:

- Bureta volumétrica, para dispensa precisa e controlada do titulante no recipiente de reação
- Um Erlenmeyer, ou um balão similar, que facilita a mistura e agitação constante necessária para assegurar a homogeneidade da solução
- Pipetas volumétricas para a adição precisa de soluções de amostras e indicador
- Soluções titulantes com concentração conhecida
- Um indicador visual ou instrumental para detetar a conclusão de uma reação

Uma titulação manual típica consiste nos seguintes passos:

- 1) É normalmente utilizada uma pipeta volumétrica para adicionar um volume de amostra conhecido ao balão.
- 2) É adicionado ao balão uma solução indicadora ou uma sonda.
- 3) É utilizada uma bureta para medir a adição de titulante ao balão e dispensar o titulante de uma forma controlada.
- 4) O titulante é adicionado através da bureta até que a indicação de método assinala o ponto final da reação.
- 5) A concentração do analito é calculada com base na concentração e volume de titulante necessário para alcançar o ponto final.



### 3.2. TITULAÇÃO AUTOMÁTICA

Os tituladores automáticos são instrumentos de alta precisão que fornecem o titulante, monitorizam as alterações físicas associadas com a reação de titulação, param automaticamente no ponto final e calculam a concentração de analito. Os tituladores automáticos são ideais para titulações repetitivas e análises de alta precisão.

Um titulador automático deve possuir um sistema de dispensação líquida preciso. Em sistemas de alta precisão como a série de tituladores **HI900**, o sistema de dispensação líquida consiste numa bureta seringa com motor de passo de pistão, capaz de dispensar com precisão e exatidão volumes muito reduzidos de titulante, um sistema de válvula que alterna entre entrada e saída de titulante e uma ponteira de dispensação. Estes três componentes principais devem ser o mais precisos possíveis, com recuo de baixa velocidade nas engrenagens do motor da bureta, com a mínima flexão do vedante do pistão, diâmetro interno da seringa de vidro retificado com precisão, uma válvula com um reduzido volume morto, mínima evaporação/permeabilidade e tubagem resistente a químicos.

Os materiais necessários para a titulação automática incluem:

- Um titulador automático equipado com uma bureta
- Um copo
- Um sistema de agitação eletrónico, um agitador de hélice ou um barra de agitação magnética e um prato de agitação
- Pipetas volumétricas para a adição precisa de amostras
- Soluções titulantes padrão com concentração conhecida
- Um elétrodo que possa ser utilizado para determinar o ponto final da titulação

Uma titulação automática típica consiste nos seguintes passos:

- 1) Definir o titulador automático de acordo com as instruções do fabricante
- 2) É normalmente utilizada uma pipeta volumétrica para adicionar um volume de amostra conhecido ao copo
- 3) Mergulhar o agitador hélice ou adicionar a barra de agitação ao copo e ligar
- 4) Iniciar a titulação. O titulador irá parar automaticamente no ponto final e determinar a concentração do analito

## 4. RESULTADOS DE TITULAÇÃO

### 4.1. PRECISÃO

Os fatores mais críticos para alcançar resultados precisos com os sistemas de titulação **HI900** são a concentração da amostra, o tamanho da amostra e possuir um conjunto otimizado de parâmetros de métodos.

### 4.2. REPRODUTIBILIDADE

A reprodutibilidade ou a concordância entre determinações replicadas, expressa-se quantitativamente como o desvio padrão relativo (DPR).

### 4.3. FONTES DE ERRO

Uma das vantagens da análise volumétrica é a sua excelente exatidão e precisão. As fontes de erro podem ser agrupadas em amostragem, titulante e padrões, reações químicas, determinação de ponto final e cálculos.

#### 4.3.1. ERROS DE AMOSTRAGEM

- Seleção de uma amostra não homogênea ou não representativa
- A amostra foi alterada ou foi contaminada durante a recolha, armazenamento ou transferência
- Transferência da amostra para o copo ou balão não foi realizada corretamente
- Erros na balança. Calibre e verifique a balança regularmente.

#### 4.3.2. ERROS DE PREPARAÇÃO

Preparação incorreta devido a:

- A pesagem do sal ou a transferência para recipientes volumétricos não foi realizada corretamente
- Baixa pureza dos sais ou da água utilizada para fazer titulante e padrão
- Acessórios de vidro molhados ou sujos
- Armazenamento inadequado de titulante ou padrão que permita ganho de água, evaporação ou deterioração
- Falha em padronizar com frequência para ajustar a mudança no titulante
- Não enxaguar as tubagens do titulador com um volume de titulante antes da padronização
- Erros de volume das pipetas e recipientes volumétricos (é necessário material em vidro, classe A)
- Erros da balança na pesagem do sal (calibre e verifique a balança regularmente)

#### 4.3.3. ERROS DE DISPENSAÇÃO

Dispensação incorreta devido a:

- Volume de válvula morta e válvula com fuga
- Falta de precisão do motor e do avanço/recuo das engrenagens
- Vedante de bureta/pistão em más condições
- Diâmetro não uniforme do cilindro em vidro da bureta
- Incompatibilidade química com a tubagem ou formação de bolhas
- Alterações de densidade/ temperatura no titulante
- Volume inadequado para cobrir o eletrodo

#### 4.3.4. ERROS DE REAÇÃO QUÍMICA

- Solvente ou amostra inapropriados originando reações secundárias
- Mistura incorreta de titulante e solvente ou amostra no recipiente de titulação
- A reação entre o titulante e a amostra não é rápida
- A reação não é concluída
- A reação tem reações secundárias

#### 4.3.5. ERROS DE DETERMINAÇÃO DE ENDPOINT (PONTO FINAL)

A maioria das titulações utilizam um indicador visual para indicar quando o ponto final foi alcançado e que a titulação deve ser parada. Os tituladores automáticos utilizam métodos incrementais para determinar o ponto final de uma titulação e o ponto de equivalência. Existem dois métodos predominantes utilizados para determinar o ponto de equivalência, a primeira derivada e a segunda derivada.

O ponto de inflexão da curva de titulação (mV vs. Volume) é normalmente assumido como sendo o ponto de equivalência. A primeira derivada é frequentemente utilizada para determinar o ponto de inflexão. O valor máximo da primeira derivada (dmV vs. dV) corresponde ao ponto de equivalência teórico. Durante uma titulação é raro ter um ponto de dados exatamente no máximo da primeira derivada, o valor máximo é determinado pela interpolação dos pontos de dados da primeira derivada.

A segunda derivada ( $\Delta mV^2$  vs.  $\Delta V^2$ ) também pode ser utilizada para determinar o ponto de equivalência, e pode oferecer vantagens em relação ao método da primeira derivada. As segundas derivadas possuem uma maior sensibilidade para pontos de inflexão menores e uma mais fácil avaliação numérica do atual ponto de equivalência. O valor onde a segunda derivada é igual a zero é o ponto de equivalência. A segunda derivada requer menos pontos localizados próximo do ponto de equivalência, onde os dados são frequentemente não obtidos ou não tão fiáveis.

Os erros na determinação do ponto final podem resultar de:

- Sinais incorretos do sensor
- Deriva do sensor
- O Sensor ou o instrumento tem uma resposta lenta (é recomendado manter os sensores em boas condições)
- Configuração incorreta do titulador

## 5. CÁLCULOS

### 5.1. EQUAÇÕES USADAS NAS TITULAÇÕES VOLUMÉTRICAS KARL FISCHER

#### 5.1.1. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA COMO % EM MASSA DE AMOSTRAS MEDIDAS POR MASSA

$$C_{\text{amostra}} = \frac{V_{\text{titrante}} \times \text{Titer}}{m_{\text{amostra}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$  Concentração de Amostra (% w/w)

$V_{\text{titrante}}$  Volume de Titulante (mL)

Título Título do Titulante (mg/mL)

$m_{\text{amostra}}$  Massa da Amostra (g)

#### 5.1.2. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA COMO % EM MASSA DE AMOSTRAS MEDIDAS POR VOLUME

$$C_{\text{amostra}} = \frac{V_{\text{titrante}} \times \text{Titer}}{V_{\text{amostra}} \times d_{\text{amostra}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$  Concentração de Amostra (% w/w)

$V_{\text{titrante}}$  Volume de Titulante (mL)

Título Título do Titulante (mg/mL)

$V_{\text{amostra}}$  Volume da Amostra (mL)

$d_{\text{amostra}}$  Densidade da Amostra (g/mL)

#### 5.1.3. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA COMO % EM VOLUME DE AMOSTRAS MEDIDAS POR VOLUME

$$C_{\text{amostra}} = \frac{V_{\text{titrante}} \times \text{Titer}}{V_{\text{amostra}} \times d_{\text{água}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$  Concentração de Amostra (% w/w)

$V_{\text{titrante}}$  Volume de Titulante (mL)

Título Título do Titulante (mg/mL)

$V_{\text{amostra}}$  Volume da Amostra (mL)

$d_{\text{água}}$  Densidade da Água na Temperatura de Análise (g/mL)

#### 5.1.4. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA COMO % EM MASSA SUBTRAINDO A TAXA DE DERIVA DE FUNDO (BACKGROUND)

$$C_{\text{amostra}} = \frac{(V_{\text{titrante}} \times \text{Titer}) - [\text{Drift} \times t \times (1 \text{ mg}/1000 \mu\text{g})]}{m_{\text{amostra}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$  Concentração de Amostra (% w/w)

$V_{\text{titrante}}$  Volume de Titulante (mL)

Título Título do Titulante (mg/mL)

Deriva Taxa de Deriva de Fundo ( $\mu\text{g}/\text{min}$ )

$t$  Duração da Titulação (min)

$m_{\text{amostra}}$  Massa da Amostra (g)

### 5.1.5. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA EM AMOSTRAS DE DISSOLUÇÃO EXTERNA

$$C_{\text{amostra}} = \left[ \frac{m_{\text{solvente}} \times (C_{\text{solução}} - C_{\text{solvente}})}{m_{\text{amostra}}} + C_{\text{solução}} \right] \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração de Amostra (% w/w)
$m_{\text{solvente}}$	Massa de solvente (g)
$C_{\text{solução}}$	Teor de Água da Amostra Dissolvida (w/w)
$C_{\text{solvente}}$	Teor de Água do Solvente (w/w)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)

### 5.1.6. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA EM AMOSTRAS DE EXTRAÇÃO EXTERNA

$$C_{\text{amostra}} = \frac{m_{\text{titrante}} \times (C_{\text{sobrenadante}} - C_{\text{solvente}})}{m_{\text{solvente}} \times (1 - C_{\text{sobrenadante}})} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração de Amostra (% w/w)
$m_{\text{solvente}}$	Massa de solvente (g)
$C_{\text{sobrenadante}}$	Teor de Água da Amostra Dissolvida (w/w)
$C_{\text{solvente}}$	Teor de Água do Solvente (w/w)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)

### 5.1.7. CÁLCULO DO TEOR DE ÁGUA EM AMOSTRAS GASOSAS

O teor de água dos gases é normalmente reportado em unidades de  $\mu\text{g/L}$  ou  $\text{mg/L}$ .

$$C_{\text{amostra}} = \frac{V_{\text{titrante}} \times \text{Titer}}{\text{Flow Rate} \times \text{Flow Duration}}$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração de Amostra (% w/w)
$V_{\text{titrante}}$	Volume de Titulante (mL)
Título	Título do Titulante (mg/mL)
Taxa de fluxo	Amostra da Taxa de fluxo (L/min)
Duração do fluxo	Tempo de extração da amostra (min)

Para calcular o teor de água em %w/w, a massa do gás introduzido no recipiente de titulação deve ser conhecida. O que pode ser determinado por cálculos usando as leis dos gases ideais ou medindo a massa do recipiente da amostra antes e depois de uma titulação.

### 5.1.8. CÁLCULO DO TÍTULO (EQUIVALENTE EM ÁGUA DO TITULANTE) USANDO TARTARATO DE SÓDIO DIHIDRATADO CONTENDO 15,66% DE ÁGUA EM MASSA

$$C_{\text{titrante}} = \frac{m_{\text{amostra}} \times C_{\text{tartarate}}}{V_{\text{titrante}}}$$

$C_{\text{titrante}}$	Título do Titulante (mg/mL)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)
$C_{\text{tartarate}}$	Teor de Água do Tartarato (156.6 mg/g)
$V_{\text{titrante}}$	Volume de Titulante (mL)

### 5.1.9. CÁLCULO DO TÍTULO (EQUIVALENTE EM ÁGUA DO TITULANTE) USANDO PADRÕES DE ÁGUA

$$C_{\text{titrant}} = \frac{m_{\text{sample}} \times C_{\text{standard}}}{V_{\text{titrant}}}$$

$C_{\text{titulante}}$	Título do Titulante (mg/mL)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)
$C_{\text{padrão}}$	Teor de Água do Padrão (mg/g)
$V_{\text{titulante}}$	Volume de Titulante (mL)

### 5.2. EQUAÇÕES USADAS NAS TITULAÇÕES

As principais variáveis utilizadas no cálculo de um resultado de uma titulação são o volume da amostra, a concentração do titulante e o volume de titulante necessário para alcançar o ponto de equivalência. No ponto de equivalência, foi adicionado um número igual de equivalentes do analito e titulante.

#### 5.2.1. CÁLCULO DE AMOSTRA POR MASSA

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração da amostra (g/100g)
$V_{\text{titulante}}$	Volume de Titulante
$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (eq/L)
Rácio	Rácio de equivalência de analito/ titulante (mol de analito/ eq de titulante)
$MM_{\text{analito}}$	Massa Molecular do Analito (g/mol)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)

#### 5.2.2. CÁLCULO DE AMOSTRA POR VOLUME

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração da amostra (g/100g)
$V_{\text{titulante}}$	Volume de Titulante
$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (eq/L)
Rácio	Rácio de equivalência de analito/ titulante (mol de analito/ eq de titulante)
$MM_{\text{analito}}$	Massa Molecular do Analito (g/mol)
$V_{\text{amostra}}$	Volume da Amostra (mL)

### 5.2.3. PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE POR MASSA

A padronização da titulante é o segundo cálculo mais importante nas titulações. Um padrão primário é utilizado para determinar a concentração do titulante. Isto é essencialmente uma titulação típica calculada em “reverso”, onde a concentração da solução é conhecida e a do titulante é desconhecida.

$$C_{\text{titrant}} = \frac{m_{\text{standard}} \times \text{Ratio}}{FW_{\text{standard}} \times V_{\text{titrant}}}$$

$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (N)
$m_{\text{padrão}}$	Massa do Padrão (g)
Rácio	Rácio de equivalência de titulante/padrão (eq de titulante/mol de padrão)
$MM_{\text{padrão}}$	Massa Molecular do padrão (g/mol)
$V_{\text{titulante}}$	Volume de titulante (L)

### 5.2.4. PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE POR VOLUME

$$C_{\text{titrant}} = \frac{V_{\text{standard}} \times (1 \text{ L}/1000 \text{ mL}) \times C_{\text{standard}}}{V_{\text{titrant}}}$$

$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (N)
$V_{\text{padrão}}$	Volume de padrão (ml)
$C_{\text{padrão}}$	Concentração de padrão (eq/L)
$V_{\text{titulante}}$	Volume de titulante (L)

### 5.2.5. TITULAÇÃO BRANCO

Numa titulação branco é realizada uma pré-titulação, frequentemente no solvente a utilizar para a titulação da amostra, e é registado o volume de titulante necessário para alcançar o endpoint. Este valor branco anula o erro devido ao titulante necessário para reagir com os componentes da matriz da solução de titulação. A equação de titulação básica pode ser utilizada para uma titulação branco, com a única modificação de que o volume de titulante usado na titulação branco deve ser subtraído do volume de titulante da titulação normal.

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{titrant}} \times (V_{\text{sample}} - V_{\text{blank}}) \times \text{Ratio} \times FW_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração da amostra (g/100 g)
$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (eq/L)
$V_{\text{amostra}}$	Volume de titulante necessário para a amostra (L)
$V_{\text{branco}}$	Volume de titulante necessário para o branco (L)
Rácio	Rácio de equivalência de analito/ titulante (mol de analito/ eq de titulante)
$MM_{\text{analito}}$	Massa Molecular do Analito (g/mol)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)

### 5.2.6. TITULAÇÃO DE PONTO FINAL MÚLTIPLO

Algumas titulações possuem dois ou mais pontos finais, cada um correspondendo a um ponto de equivalência para uma reação específica. As titulações de ponto final múltiplo são semelhantes às titulações de branco, nas quais o volume de titulante necessário para alcançar o primeiro ponto final é subtraído do volume de titulante utilizado para alcançar o próximo ponto final sequencial.

$$C_{\text{sample1}} = \frac{V_{\text{titrant1}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte1}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample2}} = \frac{(V_{\text{titrant2}} - V_{\text{titrant1}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte2}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample3}} = \frac{(V_{\text{titrant3}} - V_{\text{titrant2}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte3}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$C_{\text{amostra1}}$	Concentração de amostra 1 (g/100g)
$C_{\text{amostra2}}$	Concentração de amostra 2 (g/100g)
$C_{\text{amostra3}}$	Concentração de amostra 3 (g/100g)
$V_{\text{titulante1}}$	Volume de titulante necessário para alcançar o primeiro endpoint (L)
$V_{\text{titulante2}}$	Volume de titulante necessário para alcançar o segundo endpoint (L)
$V_{\text{titulante3}}$	Volume de titulante necessário para alcançar o terceiro endpoint (L)
$C_{\text{titulante}}$	Concentração de titulante (N)
Rácio	Rácio de equivalência de analito/ titulante (mol de analito/ eq de titulante)
$MM_{\text{analito1}}$	Massa Molecular do Analito 1 (g/mol)
$MM_{\text{analito2}}$	Massa Molecular do Analito 2 (g/mol)
$MM_{\text{analito3}}$	Massa Molecular do Analito 3 (g/mol)
$m_{\text{amostra}}$	Massa da Amostra (g)

### 5.2.7. RETRO-TITULAÇÃO

A equação utilizada nos cálculos de retro-titulação é também semelhante à equação para uma titulação de branco. Em vez de subtrair a quantidade inicial de titulante necessário para reagir com o branco, a quantidade do segundo titulante necessário para reagir com o excesso de titulante adicionado na primeira titulação é subtraído à quantidade de primeiro titulante adicionada. A diferença entre as duas quantidades é a quantidade de titulante necessário para alcançar o primeiro ponto de equivalência.

$$C_{\text{sample}} = \frac{(C_{\text{titrant1}} \times V_{\text{titrant1}} - C_{\text{titrant2}} \times V_{\text{titrant2}}) \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

$C_{\text{amostra}}$	Concentração de Amostra (g/100mL)
$C_{\text{titulante1}}$	Concentração de titulante 1 (N)
$V_{\text{titulante1}}$	Volume de titulante 1 (L)
$C_{\text{titulante2}}$	Concentração de titulante 2 (N)
$V_{\text{titulante2}}$	Volume de titulante 2 (L)
Rácio	Rácio de equivalência de analito/ titulante (mol de analito/ eq de titulante)
$MM_{\text{analito}}$	Massa Molecular do Analito (g/mol)
$V_{\text{amostra}}$	Volume da Amostra (mL)

## 6. GLOSSÁRIO

### Ácido

Uma espécie química que pode doar um ou mais prótons (íons de hidrogênio).

### Titulação ácido-base

Titulações de neutralização estequiométrica, baseadas numa reação que ocorre entre um ácido e uma base.

### Atividade

Uma propriedade física correspondente à concentração de todos os íons numa solução. Os eletrodos respondem à atividade.

### Titulação amperométrica

As titulações onde o atual fluxo entre os dois eletrodos (frequentemente um eletrodo em metal e um eletrodo de referência) são utilizados para monitorizar o progresso da titulação.

### Analito

A espécie química a ser medida numa titulação.

### Titulação argentométrica

Titulações que utilizam prata (nitrato) como o titulante. Estas titulações são geralmente titulações de precipitação.

### Titulação automática

Um instrumento desenhado para realizar automaticamente uma titulação. Adicionará a quantidade apropriada de titulante, determinará o ponto final e calculará os resultados.

### Retro-titulação

Um tipo de titulação onde é adicionada à amostra uma quantidade excessiva de titulante forçando uma reação muito lenta até à conclusão. O reagente em excesso é titulado novamente com um segundo titulante.

### Base

Uma espécie química que pode aceitar um ou mais prótons (íons de hidrogênio).

### Indicação biamperométrica

Usa um eletrodo com pino de dupla platina para medir o fluxo de corrente através de uma solução de titulação.

### Indicação bivoltamétrica

Usa um eletrodo com pino de dupla platina para medir a voltagem requerida para manter um fluxo de corrente constante através de uma solução de titulação enquanto a voltagem constante é aplicada através dos elementos de platina do eletrodo.

### Bureta

É utilizada uma peça cilíndrica graduada de material de laboratório em vidro para dispensar quantidades precisas de solução.

### Íon complexo

Uma espécie onde o íon de metal central é unido por ligação covalente a um ou mais eletrões, originando grupos denominados ligandos.

### Titulações complexométricas

Os íons de metal são titulados utilizando um titulante que se liga fortemente a eles. Os titulantes contém frequentemente ácido etilendiaminotetracético (EDTA) ou ácido ciclo-hexilendiaminotetracético (CDTA).

### End Point (ponto final)

O ponto onde uma titulação é parada porque uma alteração física na solução indicou uma titulação concluída. Os pontos finais da titulação normalmente coincidem com o ponto de equivalência. Também pode ser utilizado um ponto final fixo (pH ou mV), a titulação irá parar no ponto desejado independentemente de estar ou não completa.

**Ponto de equivalência**

O ponto onde a quantidade de titulante é estequiometricamente igual à quantidade do analito.

**Formal**

O número teórico de equivalentes por litro da solução. É utilizado em soluções onde a concentração exata de uma espécie pode ser afetada por outros íons presentes e, por isso, a concentração indicada pode não ser exatamente correta.

**Análise gravimétrica**

Uma determinação quantitativa de um analito, baseado na massa do sólido.

**Elétrodo indicador**

Um elétrodo que responde à espécie de interesse. O potencial do elétrodo é proporcional à concentração ou atividade desse íon na solução a ser medida.

**Indicadores**

Os indicadores químicos são normalmente tinturas orgânicas que alteram de forma sob diferentes condições físicas, originando uma alteração de cor que pode ser vista por um analista. Utilizados normalmente em titulações manuais. Os indicadores químicos foram substituídos pelos indicadores eletrométricos, que são utilizados com as titulações automáticas.

**Ponto de inflexão**

O ponto de uma curva de titulação onde a curva da segunda derivada altera os sinais.

**Elétrodo de Iões Seletivos (ISE)**

Um elétrodo que responde a um íon específico, o potencial do elétrodo é proporcional à concentração ou atividade desse íon na solução a ser medida.

**Titulação Karl Fischer**

Uma titulação que utiliza uma reação química que é específica para determinar água.

**Titulação manual**

Uma titulação que é realizada manualmente, o técnico deve adicionar a quantidade apropriada de titulante, determinar o ponto final e calcular os resultados.

**Molar**

A concentração de um soluto numa solução.

**Mole (mol)**

Uma quantidade de uma espécie química. O peso molecular de uma substância em gramas é igual à massa de um mole da substância. Um mole é igual a  $6.022 \times 10^{23}$  átomos ou moléculas.

**Monocromador**

Um dispositivo que permite apenas que passe por si uma estreita gama de comprimentos de onda, separando a luz em diferentes comprimentos de onda.

**Titulação com Múltiplos End Point**

Uma titulação que reage sequencialmente a múltiplas espécies numa solução, usando o mesmo titulante. A concentração de cada analito pode ser determinada a partir dos seus respetivos pontos finais.

**Equação Nernst**

A equação fundamental que relaciona a voltagem da célula com a concentração de uma solução.

**Neutralização**

Uma reação química onde um ácido e uma base reagem para formar uma água e sal neutros.

**Não-aquosa**

Uma solução que não contém água.

**Titulação não-aquosa**

Uma titulação que é realizada com soluções não-aquosas. Normalmente utilizada para titular ácidos e bases muito fracos para eliminar o efeito nivelador que a água possui sobre todos os ácidos e bases dissolvidos nela.

**Normal**

A concentração de uma solução que explica qualquer diferença estequiométrica entre as várias espécies numa solução.

**Potencial de oxidação-redução (ORP)**

Uma voltagem gerada numa solução que é resultado do rácio entre as espécies oxidadas e reduzidas. Normalmente medido potenciométrico com um sensor de ORP.

**Oxidante**

A espécie que aceita eletrões numa reação redox.

**Pipeta**

Um aparelho científico que é usado para entregar volumes precisos de líquidos.

**Ácido poliprótico**

Os ácidos que são capazes de doar mais do que um próton por molécula de ácido.

**Titulação Potenciométrica**

Uma titulação na qual o ponto final é determinado pela monitorização da voltagem da solução utilizando um elétrico.

**Titulação de precipitação**

Uma titulação na qual o analito reage com o titulante para formar um composto solúvel. O ponto final é normalmente detetado com um ISE sensível quer ao analito, quer ao titulante.

**Reagente**

O químico adicionado a uma titulação que provoca a ocorrência de uma determinada reação.

**Reação de oxidação-redução (redox)**

Uma reação química na qual os átomos envolvidos na reação têm os seus números de oxidação alterados. A redução é o ganho de eletrões, que diminui o número de oxidação. A oxidação é a perda de eletrões, que aumenta o número de oxidação.

**Redutores**

O dador de eletrões numa reação redox.

**Eléctrodo de referência**

Um eléctrodo que fornece um potencial de eléctrodo constante. É utilizado em combinação com um eléctrodo "indicador", permitindo que o potencial do eléctrodo "indicador" seja medido.

**Desvio padrão relativo (DPR)**

Uma medição da quantidade de variação relativa num conjunto de dados. É calculado dividindo o desvio padrão pela média:

$$\text{DPR} = (\text{Desvio padrão de } X) * 100 / (\text{Média de } X)$$

**Reprodutibilidade**

A variação nas medições da amostra, realizadas por uma única pessoa ou instrumento nas mesmas condições.

**Titulação espectrofotométrica**

Uma titulação na qual o ponto final é assinalado por uma alteração na cor e/ou intensidade da cor.

**Estequiometria**

A relação quantitativa do reagentes e produtos numa reação química.

**Titulante**

O químico adicionado a uma titulação que provoca a ocorrência de uma determinada reação.

**Titulação**

É um procedimento quantitativo, volumétrico, usado na química analítica para determinar a concentração de um analito numa solução. A concentração do analito é determinada adicionando lentamente um titulante à solução. À medida que o titulante é adicionado, ocorre uma reação química entre o titulante e o analito.

**Curva de titulação**

Um gráfico que contém os dados físicos obtidos para uma titulação. Os dados analisados são frequentemente uma variável independente (volume de titulante) vs. Uma variável dependente (pH da solução). A partir da curva de titulação, pode ser determinado o ponto de equivalência ou o ponto final.

## Certificação

Todos os produtos Hanna Instruments estão em conformidade com as **Diretivas CE**.



RoHS  
compliant

**Eliminação de Equipamento Elétrico e Eletrónico.** O produto não deve ser tratado como resíduo doméstico. Deve ser reencaminhado para reciclagem no centro de tratamento de resíduos adequado para equipamentos elétricos e eletrónicos.

A correta eliminação do produto e das pilhas previne potenciais consequências negativas para o ambiente e saúde pública. Para obter mais informações, contacte o centro de tratamento de resíduos da sua área, o local de compra ou vá até [www.hanna.pt](http://www.hanna.pt).



## Recomendações de Utilização

Antes de utilizar este produto, certifique-se da sua total adequação à sua aplicação específica e no ambiente em o vai utilizar. Qualquer alteração a estes instrumentos introduzida pelo utilizador pode resultar na degradação do desempenho EMC dos medidores. Para sua segurança e do medidor, não utilize nem armazene o medidor em ambientes perigosos.

## Garantia

O **HI934** possui dois anos de garantia contra defeitos de fabrico na manufatura e em materiais quando utilizado no âmbito das suas funções e manuseado de acordo com as suas instruções. Os danos resultantes de acidentes, uso indevido, adulteração ou falta de manutenção recomendada não estão cobertos pela garantia.

Caso seja necessária assistência técnica, contacte a Hanna Instruments. Se em garantia, indique o número do modelo, data de aquisição, número de série e a natureza do problema. Se a reparação não se encontrar ao abrigo da garantia, será notificado dos custos decorrentes. Caso pretenda enviar o instrumento à Hanna Instruments, obtenha primeiro uma autorização (RGA) junto do Departamento de Assistência Técnica Hanna. Proceda depois ao envio, com todos os portes previamente pagos.

A Hanna Instruments reserva-se o direito de modificar o design, construção e aparência dos seus produtos sem aviso prévio.

## Contatos

Hanna Instruments Portugal Lda.  
Zona Industrial de Amorim  
Rua Manuel Dias, Nº 392, Fração I  
4495 - 129 Amorim - Póvoa de Varzim  
[www.hanna.pt](http://www.hanna.pt)