

HI933

TITULADOR VOLUMÉTRICO KARL FISCHER



**Caro
Cliente,**

Obrigada por escolher um produto Hanna Instruments.

Por favor, leia este manual de instruções atentamente antes de utilizar o instrumento. Ele fornecerá as informações necessárias para o uso correto do titular, assim como uma ideia precisa de sua versatilidade.

Caso precise de informações técnicas adicionais, envie um e-mail para assistencia@hanna.pt.

Aceda a www.hanna.pt e conheça os nossos produtos.



INTRODUÇÃO

O **HI933** é um titulador volumétrico automático Karl Fischer de alta precisão, grande flexibilidade e repetibilidade. Foi desenvolvido para realizar titulações de uma variedade de tipos de amostras/matrizes, permitindo ao usuário obter bons resultados e uma análise rápida.

Os principais atributos do titulador **HI933** são:

- Tamanho pequeno que requer espaço mínimo de bancada
- Carcaça de plástico forte e quimicamente resistente
- Poderosos algoritmos integrados para critérios de terminação baseados em um ponto final de mV fixo ou deriva absoluta/relativa
- Padronização de titulantes e média de análise de amostra
- Entrada de vapor de água minimizada com o Sistema Selado de Solvente
- Interface de balança para pesagem automática
- Suporte para 100 métodos de titulação
- Relatórios personalizáveis pelo usuário
- Mensagens de aviso e erro são exibidas de forma clara

Esse manual fornece informações sobre a instalação e funcionalidade do titulador e sugestões refinadas de operação. Antes de usar o titulador, é recomendado que se torne familiar com seus vários recursos e funcionalidades.

Esse manual está dividido em quatro partes:

PARTE 1: GUIA DE INICIALIZAÇÃO RÁPIDA

Ajuda o usuário a configurar e operar o **HI933** titulador Karl Fischer rapidamente. Das conexões básicas, interface do usuário até como fazer uma titulação.

PARTE 2: MANUAL DE INSTRUÇÕES

Fornecer uma descrição compreensiva dos princípios de operação da interface do usuário, opções gerais, métodos, modo de titulação, otimização, manutenção e etc.

PARTE 3: APLICAÇÕES

Contém as instruções completas das análises comumente usadas. Métodos adicionais e pacotes de métodos estão disponíveis; entre em contato com a Hanna Instruments para mais informações.

PARTE 4: TEORIA DA TITULAÇÃO

Descreve os princípios de operação do titulador. Cobre a química da titulação, os tipos de titulação e cálculos de resultados.



ÍNDICE

PARTE 1: GUIA DE INICIALIZAÇÃO RÁPIDA

1. MEDIDAS DE SEGURANÇA.....	1-2
2. CONEXÕES DO TITULADOR.....	1-3
2.1. VISÃO FRONTAL.....	1-3
2.2. VISÃO TRASEIRA.....	1-3
3. INTERFACE DO USUÁRIO.....	1-4
3.1. TECLADO.....	1-4
3.2. TELA.....	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 USUÁRIO.....	1-5
7. PREPARAÇÃO.....	1-6
7.1. CONFIGURANDO O TITULADOR.....	1-6
7.2. OBTENDO OS REAGENTES.....	1-6
7.3. PREPARANDO A BURETA.....	1-6
8. A PRIMEIRA TITULAÇÃO.....	1-7
8.1. SELEÇÃO DO MÉTODO.....	1-7
8.2. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS DO MÉTODO.....	1-7
8.3. CONFIGURAÇÃO DO RELATÓRIO DE TITULAÇÃO.....	1-7
8.4. ENCHENDO O BÉQUER DE TITULAÇÃO COM SOLVENTE.....	1-8
8.5. PREPARANDO O SOLVENTE PARA AMOSTRAS.....	1-8
8.6. PREPARANDO E INTRODIZINDO A AMOSTRA.....	1-8
8.7. REALIZANDO UMA TITULAÇÃO.....	1-9
8.8. ENTENDENDO A INFORMAÇÃO EXIBIDA.....	1-9
8.9. VISUALIZANDO O GRÁFICO DURANTE A TITULAÇÃO.....	1-10
8.10. FINALIZAÇÃO DA TITULAÇÃO.....	1-10
8.11. RESULTADOS.....	1-11
8.12. VISUALIZAÇÃO DOS DADOS DA ÚLTIMA TITULAÇÃO.....	1-11
8.13. IMPRIMINDO O RELATÓRIO DE TITULAÇÃO.....	1-11
8.14. SALVANDO DADOS EM UM DISPOSITIVO USB.....	1-12
8.15. RELATÓRIO DE TITULAÇÃO.....	1-13

PARTE 2: MANUAL DE INSTRUÇÕES

1. CONFIGURAÇÃO.....	2-2
1.1. DESEMBALANDO.....	2-2
1.2. MEDIDAS DE SEGURANÇA.....	2-3
1.3. ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS.....	2-4
1.4. INSTALAÇÃO.....	2-5
2. INTERFACE DO USUÁRIO.....	2-13
2.1. INICIALIZAÇÃO.....	2-13
2.2. TECLADO.....	2-13
2.3. TELA.....	2-15
2.4. NAVEGAÇÃO DO MENU.....	2-16
3. OPÇÕES GERAIS.....	2-18
3.1. SALVANDO OS ARQUIVOS EM UM DISPOSITIVO USB.....	2-18
3.2. RECUPERANDO ARQUIVOS DE UM DISPOSITIVO USB.....	2-19
3.3. MODO STANDBY.....	2-20



3.4. DURAÇÃO DO STANDBY	2-20
3.5. BASE DE DADOS DO TITULADOR	2-21
3.6. BASE DE DADOS DE PADRÃO	2-21
3.7. VOLUME ESTIMADO DA CÉLULA	2-22
3.8. LINK USB COM PC	2-22
3.9. CONFIGURAÇÃO DA INTERFACE DA BALANÇA	2-23
3.10. AGITADOR	2-24
3.11. MODO IMPRESSORA	2-24
3.12. CONFIGURAÇÃO DE DATA E HORA	2-25
3.13. CONFIGURAÇÕES DE TELA	2-25
3.14. ALARME	2-26
3.15. IDIOMA	2-26
3.16. VERIFICAÇÃO DE CALIBRAÇÃO	2-27
3.17. REDEFINIR AS CONFIGURAÇÕES PADRÃO	2-27
3.18. OTIMIZANDO O ESPAÇO DA MEMÓRIA	2-28
3.19. ATUALIZAÇÃO DE SOFTWARE	2-28
4. MÉTODOS DE TITULAÇÃO	2-29
4.1. SELECIONANDO OS MÉTODOS	2-29
4.2. MÉTODOS PADRÃO	2-29
4.3. MÉTODOS DO USUÁRIO	2-31
4.4. VISUALIZANDO/MODIFICANDO MÉTODOS	2-32
4.5. OPÇÕES DE MÉTODOS	2-33
4.6. IMPRESSÃO	2-58
5. MODO DE TITULAÇÃO	2-59
5.1. MODO DE DESCANSO	2-59
5.2. PRÉ-TITULAÇÃO	2-60
5.3. ANÁLISE DA DERIVA (APENAS DETERMINAÇÃO AUTOMÁTICA DE ENTRADA)	2-60
5.4. STANDBY	2-61
5.5. ANÁLISE DE AMOSTRAS	2-62
5.6. PADRONIZAÇÃO DO TITULANTE	2-67
6. FUNÇÕES AUXILIARES	2-70
6.1. BOMBA DE AR	2-70
6.2. BURETA	2-71
6.3. AGITADOR	2-73
6.4. RESULTADOS	2-73
7. MANUTENÇÃO E PERIFÉRICOS	2-77
7.1. MANUTENÇÃO DA BURETA	2-77
7.2. MANUTENÇÃO DA Sonda	2-80
7.3. PERIFÉRICOS	2-80
8. OTIMIZAÇÃO DO MÉTODO	2-83
8.1. CONFIGURAÇÕES DE TITULAÇÃO	2-83
8.2. PARÂMETROS DE CONTROLE	2-83
8.3. A AMOSTRA	2-87
8.4. SISTEMA DE REAGENTES KARL FISCHER	2-92
9. ACESSÓRIOS	2-95
9.1. TITULANTES	2-95
9.2. SOLVENTES	2-95
9.3. PADRÕES	2-96
9.4. COMPONENTES DO TITULADOR	2-97



PARTE 3: APLICAÇÕES

HI8001EN 5.0 mg/mL PADRONIZAÇÃO DO TITULANTE COM PADRÃO DE UMIDADE	3-2
HI8002EN 2.0 mg/mL PADRONIZAÇÃO DO TITULANTE COM PADRÃO DE UMIDADE	3-4
HI8003EN 1.0 mg/mL PADRONIZAÇÃO DO TITULANTE COM PADRÃO DE UMIDADE	3-6
HI8011EN 5.0 mg/mL PADRONIZAÇÃO DO TITULANTE COM TARTARATO DE DISSÓDIO	3-8
HI8101EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM CREME DE LEITE	3-10
HI8102EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM LEITE	3-12
HI8103EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MEL	3-14
HI8104EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM SUPERFÍCIE DO AÇÚCAR BRANCO	3-16
HI8105EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM ÓLEO DE COZINHA	3-18
HI8106EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MANTEIGA	3-20
HI8107EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MARGARINA	3-22
HI8108EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MAIONESE	3-24
HI8201EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM SHAMPOO	3-26
HI8202EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM CREME PARA AS MÃOS	3-28
HI8301EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM SOLVENTE COM 5 mg/mL TITRANT (UM-COMP.)	3-30

PART 4: TEORIA DA TITULAÇÃO

1. TEORIA DA TITULAÇÃO	4-2
1.1. INTRODUÇÃO À TITULAÇÃO	4-2
1.2. USOS DA TITULAÇÃO	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 MEDIÇÕES	4-3
2.2. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O TIPO DE REAÇÃO	4-4
2.3. TITULAÇÕES DE ACORDO COM A SEQUÊNCIA DE TITULAÇÕES	4-11
3. PROCEDIMENTO DE TITULAÇÃO	4-12
3.1. TITULAÇÃO MANUAL	4-12
3.2. TITULAÇÃO AUTOMÁTICA	4-12
4. RESULTADOS DA TITULAÇÃO	4-14
4.1. EXATIDÃO	4-14
4.2. REPETIBILIDADE	4-14
4.3. FONTES DE ERRO	4-14
5. CÁLCULOS	4-16
5.1. EQUAÇÕES USADAS EM TITULAÇÕES VOLUMÉTRICAS KARL FISCHER	4-16
5.2. EQUAÇÕES USADAS EM TITULAÇÕES	4-18
6. GLOSSÁRIO	4-21

PARTE 1:

GUIA RÁPIDO



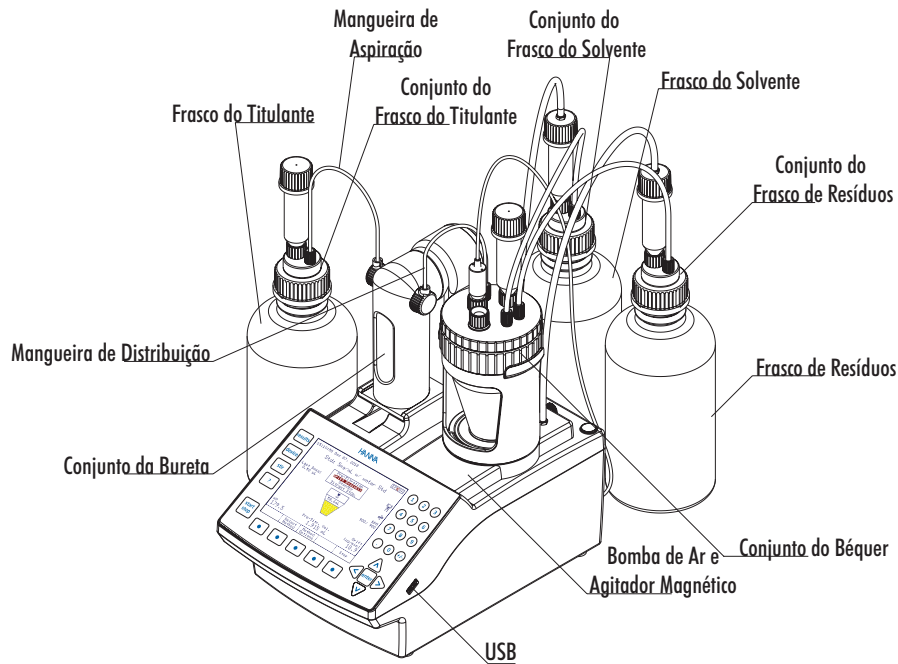
1. MEDIDAS DE SEGURANÇA

As medidas de segurança devem ser seguidas:

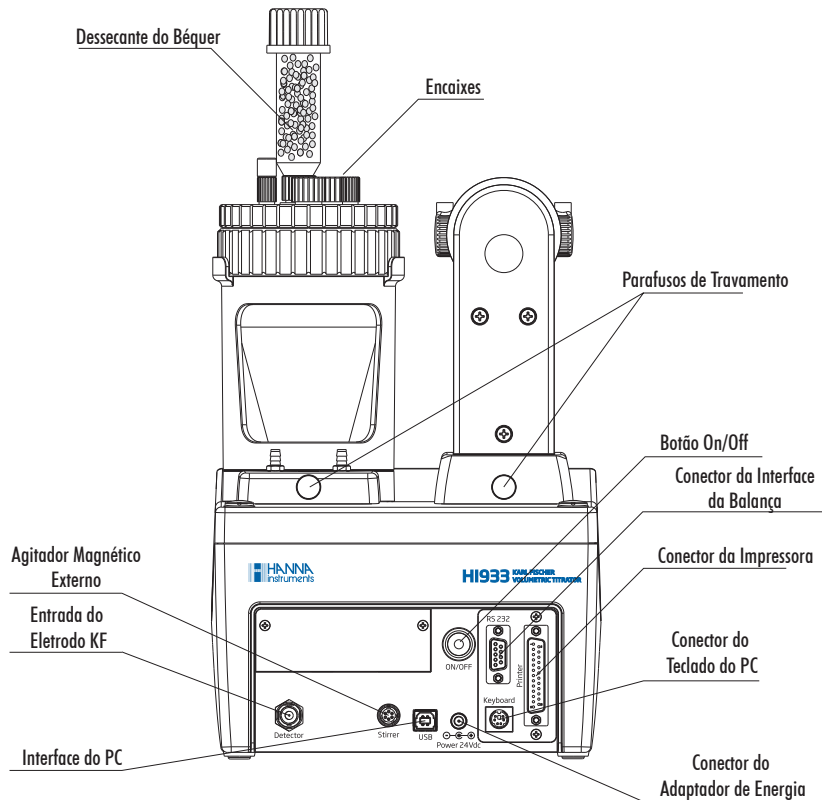
- 1) Nunca conecte ou desconecte o conjunto da bomba ou outros periféricos com o titulador ligado.
- 2) Verifique se a bureta e a mangueira estão montadas corretamente.
- 3) Sempre verifique se o titulador, solventes e frascos de resíduos, assim como o béquer da titulação foram montados corretamente.
- 4) Sempre limpe derramamentos e respingos imediatamente.
- 5) Evite as condições ambientais de trabalho abaixo:
 - Vibrações severas
 - Luz solar direta
 - Umidade relativa atmosférica acima de 80% sem condensação
 - Temperatura ambiente abaixo de 10°C e acima de 40°C
 - Riscos de explosão
 - Próximo de fontes de calor ou frio
- 6) A manutenção e/ou reparo do titulador devem ser realizados apenas por pessoas autorizadas.
- 7) Evite a inalação dos vapores do titulador/solvente. Evite contato com produtos químicos.

2. CONEXÕES DO TITULADOR

2.1. VISÃO FRONTAL



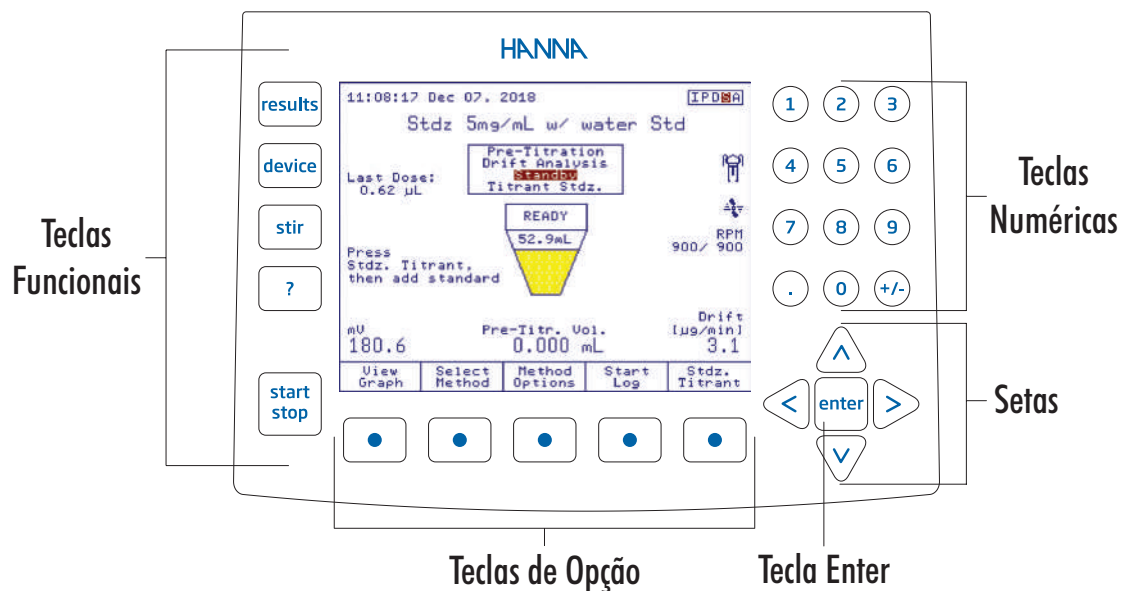
2.2. VISÃO TRASEIRA



3. INTERFACE DO USUÁRIO

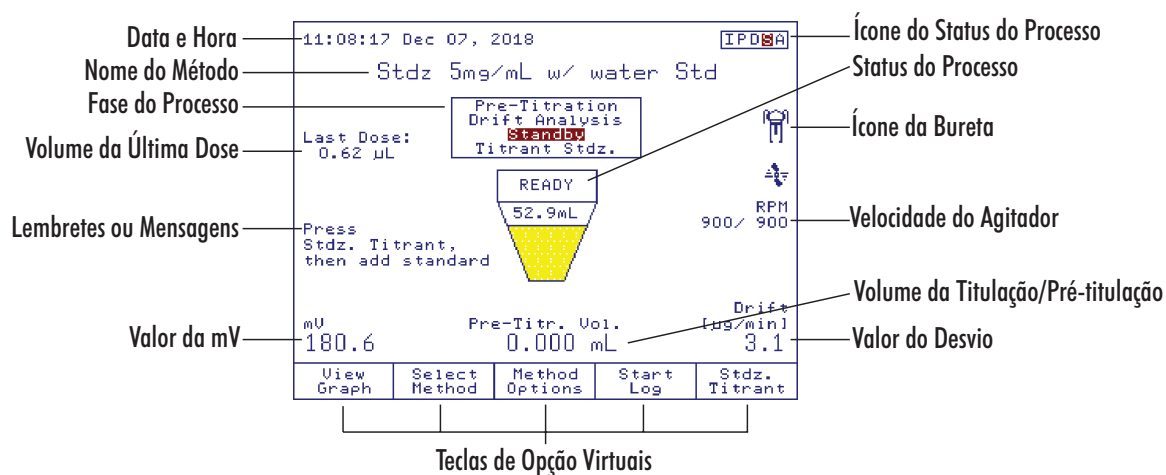
3.1. TECLADO

O teclado do titulador tem 27 teclas agrupadas em cinco categorias:



3.2. TELA

O titulador possui uma tela gráfica colorida retroiluminada de 14,4 cm. A tela de **Modo Standby** é exibida abaixo com breves explicações.

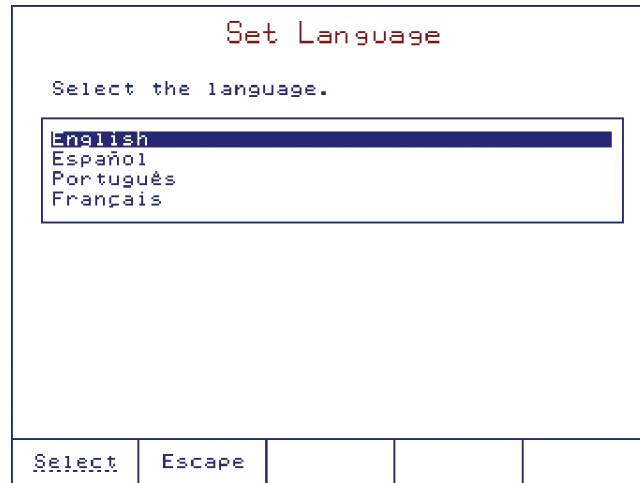


A interface do usuário possui várias telas. Em cada tela, vários campos de informação estão presentes ao mesmo tempo. A informação é exibida de uma maneira fácil de ler.

As teclas de opção virtuais descrevem a função realizada quando a tecla correspondente é pressionada.

4. IDIOMA

Para mudar o idioma, pressione **General Options** na tela inicial. Destaque a opção *Language*. Utilizando as teclas **▲** e **▼**, selecione o idioma das opções listadas na tela de **Set Language** e pressione **Select**. Reinicie o titulador para aplicar a nova configuração de idioma.



5. AJUDA CONTEXTUAL

Informações sobre o titulador podem ser acessadas facilmente pressionando **?**. A ajuda contextual pode ser acessada a qualquer momento e oferece informações úteis sobre a tela em exibição.

6. MÉTODOS

O **HI933** titulador Karl Fischer pode armazenar até 100 métodos (padrão e definidos pelo usuário).

6.1. MÉTODOS PADRÃO

Cada titulador é fornecido com um pacote customizado de métodos padrão. Os pacotes de métodos padrão são desenvolvidos na Hanna Instruments para atender os requisitos de análises de indústrias específicas (ex. alimentos, cosméticos, laticínios etc.).

6.2. MÉTODOS DEFINIDOS PELO USUÁRIO

Os métodos definidos pelo usuário permitem ao usuário criar e salvar seus próprios métodos. Cada método novo é baseado em um método existente que é alterado para servir a uma aplicação específica.

7. PREPARAÇÃO

7.1. PREPARANDO O TITULADOR

- Certifique-se que todas as partes do titulador estão instaladas corretamente (veja a seção [Setup](#)).
- Certifique-se que o sistema do béquer está corretamente selado contra umidade atmosférica (os encaixes e as mangueiras estão montadas corretamente).
- O dessecante foi devidamente seco.

7.2. OBTENDO OS REAGENTES

- Os reagentes (titulante e solvente) precisam ser adequados aos requisitos de análise (veja a seção de [Acessórios](#) para uma lista de titulantes e solventes preferenciais).

7.3. PREPARANDO A BURETA

- Remova a mangueira de distribuição do béquer de titulação (desrosqueie o encaixe e remova a mangueira) e insira no frasco ou recipiente de resíduos separado.
- Na tela principal pressione .
- Destaque a opção de Preparar a Bureta e pressione .
- Insira o número de enxáguas da bureta. Pelo menos 3 enxáguas com a solução utilizada para titulação são recomendadas (permitindo que as bolhas de ar sejam evacuadas).
- Pressione para iniciar.
- A mensagem "Executando..." será exibida.

Nota: Certifique-se que existe um fluxo contínuo de líquido dentro da bureta. Não utilize durante o enchimento normal da bureta caso não tenha certeza de que as bolhas de ar foram completamente evacuadas. Para resultados precisos, a mangueira de aspiração, a mangueira dispensadora e a seringa devem estar livres de bolhas de ar.

- Limpe cuidadosamente a extremidade da mangueira de distribuição para remover o excesso de titulante.
- Insira a mangueira de distribuição no buraco correspondente do béquer de titulação e rosqueie o encaixe para vedar o béquer.

8. A PRIMEIRA TITULAÇÃO

8.1. SELEÇÃO DE MÉTODO

Para essa análise nós usaremos o método padrão **HI8301EN Solvente com 5mg/ml 1-comp.**

Para selecionar esse método:

- Pressione na tela principal. Utilize as teclas e para destacar o método *HI8301EN Solvente c/ 5mg/ml 1-comp.*
- Pressione .

O nome do método será exibido na linha de cima da tela principal.

8.2. DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS DO MÉTODO

Para exibir os parâmetros do método, pressione . A tela de **Visualização/Modificação de Método** será exibida.

Apenas alguns parâmetros dos métodos padrão podem ser alterados.

Para essa titulação, apenas o valor da concentração do titulante KF e o tamanho da amostra do solvente precisam ser inseridos como mostra a tela abaixo:

Para realizar isso:

- Destaque a opção *Titulante* na tela de **Visualização/Modificação de Método** e pressione .
- A tela de **Base de Dados do Titulador** será exibida.
- Destaque *Titulante KF* e pressione .
- Destaque *Concentração do Titulante Padronizado* e pressione .
- Insira o valor correto e pressione .
- Pressione três vezes para retornar à tela de descanso.

Standardized Titrant Conc.				
Enter the standardized titrant conc.				
5.0000 mg/mL				
Low Limit: 4.0000 mg/mL				
High Limit: 6.0000 mg/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

8.3. CONFIGURANDO UM RELATÓRIO DE TITULAÇÃO






Os usuários podem selecionar as informações que serão armazenadas em cada titulação.

Para obter a informação no final da titulação, realize as seguintes operações:




- Na tela principal, pressione e a tela de **Parâmetros de Dados** será exibida.
- Destaque a opção *Configurar Relatório de Titulação* e pressione .
- Marque os campos que serão incluídos com o símbolo *, usando as teclas e , e pressione para alterar a seleção.
- Pressione para salvar o relatório e para voltar à tela principal.

8.4. ENCHENDO O BÉQUER COM SOLVENTE

O béquer deve ser preenchido com solvente até a marca (MIN) mínima (cerca de 50 mL de solvente).



- Da tela de descanso, pressione .
- Pressione .
- Aguarde até que o béquer tenha atingido a marca mínima (MIN) com solvente.
- Pare a bomba de ar pressionando .
- Pressione  e insira a quantidade aproximada de solvente no béquer. Pressione  para confirmar.

8.5. PREPARANDO O SOLVENTE PARA AS AMOSTRAS

- Antes de iniciar uma titulação, a umidade residual dentro do béquer e o solvente devem ser reagidos.
- Da tela de descanso, pressione . O titulador entrará no modo de pré-titulação e começará a dosar o titulante no béquer. Se não houver nenhum titulante se movendo pela ponta anti-difusão depois de diversas doses, pressione  ou  e verifique se o titulante não está vazando do suporte da bureta ou do encaixe da mangueira de distribuição.
- Uma vez que toda a umidade residual foi reagida (o ponto final potencial é alcançado), o titulador entrará em modo de Análise da Curva (apenas a entrada automática da curva). O titulador calcula a faixa de umidade atmosférica vazando no béquer de titulação durante um minuto e exibe o resultado no canto inferior direito da tela.
- Se a Faixa da Curva estiver estável e o ponto final potencial for mantido, o titulador entrará em modo Standby. O titulador continua a manter o ponto final potencial e atualiza a faixa da curva de fundo.

8.6. PREPARANDO E INTRODUZINDO A AMOSTRA

Medir o tamanho da amostra pela massa e usar uma balança analítica dará resultados mais reproduzíveis.

- Prepare 50 mL da amostra misturando partes iguais de clorofórmio seco e metanol seco.
- Encha a seringa e agulha com a amostra.
- Pese a seringa, agulha e amostra.
- Pressione . Será solicitado que informe o tamanho da amostra.
- Coloque 0.750 g a 1.000 g de solvente no recipiente de titulação pelo sépto usando a agulha.
- Remova a agulha do recipiente de titulação e pese a agulha novamente para determinar a massa de amostra adicionada (pela diferença das duas medições).
- Utilize o teclado numérico para adicionar o peso exato e pressione  para prosseguir com a análise.

8.7. REALIZANDO UMA TITULAÇÃO

- Adicione uma amostra preparada de acordo com algum dos métodos de preparação descritos acima. Informe o tamanho do analito e pressione **Sample Analysis**. O titulador começará a análise de acordo com o método selecionado.
- No final da titulação a mensagem “Titulação Completa” será exibida no status da titulação, junto com a concentração final de umidade na amostra, o volume do ponto final e outras informações relevantes. O titulador retorna ao modo Standby.

Sample Analysis Result IPD SA			
2059.4 PPM			
Titration Completed			
Analysis Duration:	05:54 [mm:ss]		
Drift Value:	1.2 µg/min		
Sample Size:	0.2145 g		
Standardized Titrant Conc.:	1.0002 mg/mL		
Volume Delivered:	0.443 mL		
Report ID:	KF_00047		
Escape	View Report		Average Results

8.8. ENTENDENDO A INFORMAÇÃO EXIBIDA

Durante a titulação, a tela abaixo é exibida:

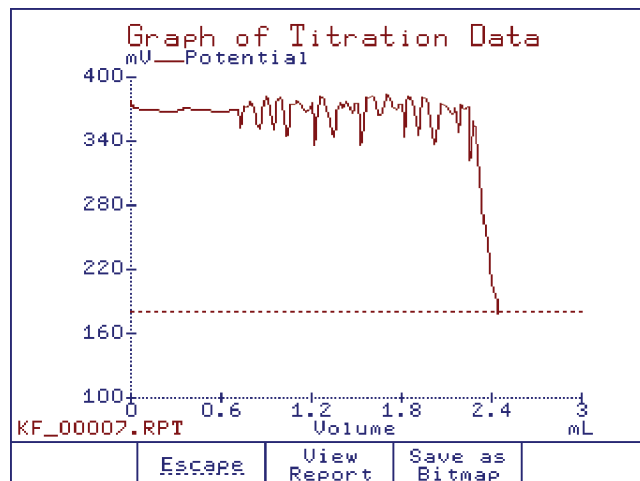
11:47:59 Jan 07, 2019 IPD SA			
Moisture in Cooking Oil			
Last Dose: 0.00 µL		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin: 0 auto; width: 80px;"> Pre-Titration Drift Analysis Standby Sample Analysis </div>	
Press Sample Analysis, then add sample		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin: 0 auto; width: 80px;"> READY 51.5mL <div style="width: 100%; height: 20px; background: linear-gradient(to bottom, yellow 50%, black 50%);"></div> </div>	
		RPM 900/ 900	
mU 179.5	Pre-Titr. Vol. 0.002 mL	Drift [µg/min] 0.0	
View Graph	Select Method	Method Options	Start Log
Sample Analysis			

8.9. VISUALIZANDO O GRÁFICO DURANTE A TITULAÇÃO

Pressione para exibir o gráfico de titulação em tempo real.

A curva exibida é o gráfico de Potencial do Eletrodo vs. Volume do Titulante.

A linha pontilhada horizontal representa o ponto final potencial selecionado pelo usuário.



Nota: Para solventes novos, especialmente solventes de um componente, os primeiros gráficos de titulação podem parecer confusos. Isso acontece pois a reação com o titulante é lenta se houver uma baixa quantidade de reagente Karl Fischer (dióxido de enxofre e base) no recipiente de titulação. Após diversas titulações, a velocidade de reação e gráfico devem melhorar.

8.10. FINALIZAÇÃO DA TITULAÇÃO

A titulação é terminada quando as condições do Critério de Finalização são atingidas.

O Critério de Finalização padrão é um valor de mV, no qual a titulação é finalizada após o valor de mV ficar abaixo do ponto final potencial pelo tempo de estabilidade selecionado.

Quando a titulação terminar, o titulador exibirá a concentração final da umidade junto com a informação básica de titulação.

Para visualizar o relatório personalizado ou gráfico de titulação, pressione .

Para visualizar as estatísticas de múltiplas análises, pressione .

Para padronização do titulante, pressione para atualizar o titulante ativo com o resultado da padronização exibido.

Quando finalizado, pressione para retornar ao modo standby (se ativo).

8.11. RESULTADOS

Os resultados obtidos da titulação são armazenados em um relatório que pode ser exibido, transferido para um dispositivo USB, PC ou impresso.

Review Result			
KF_00011.RPT			
HI933 - Titration Report			
Method Name:	copy of Moisture in Milk		
Time & Date:	15:18 Jan 21, 2019		
Titration ID:	KF_00011		
Nr	Volume[m1]	mV	Time
0	0.0000	391.6	00:00:00
1	0.0000	391.1	00:00:01
2	0.0005	391.0	00:00:03
3	0.0010	391.1	00:00:05
4	0.0015	391.0	00:00:07
5	0.0020	391.0	00:00:09

View Graph Escape Print Report Page Up Page Down

8.12. VISUALIZANDO OS DADOS DA ÚLTIMA TITULAÇÃO

- Na tela inicial, pressione **results**. A tela de **Parâmetros de Dados** será exibida.
- Na tela de **Parâmetros de Dados** destaque a opção *Rever Último Relatório* e pressione **Select**. A tela de **Rever Relatório** será exibida.
- Utilize as teclas **Page Up** e **Page Down** para exibir a informação relacionada a última titulação realizada.

Veja o Relatório de Titulação na próxima página.

8.13. IMPRIMINDO O RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Conecte uma impressora paralela compatível com DOS / Windows diretamente ao conector DB de 25 pinos localizado na parte traseira do titulador.

Nota: Antes de conectar a impressora, certifique-se de que o titulador e a impressora estão desligados.







Imprimindo o relatório:

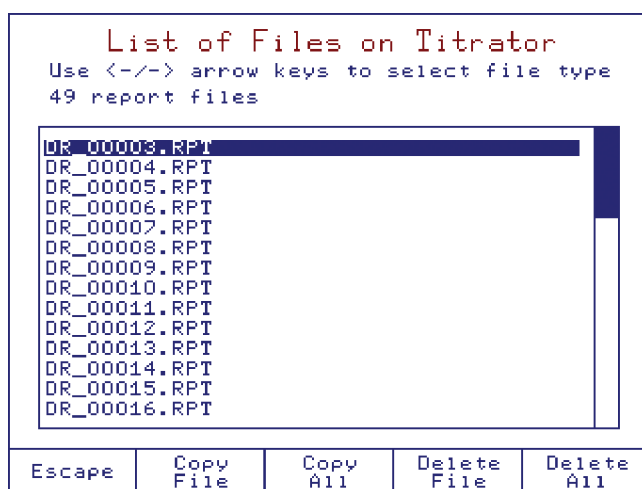
- Na tela de **Rever Relatório**, pressione **Print Report**.
- Durante a transferência de informação para a impressora, a mensagem "Imprimindo" será exibida na tela.
- Pressione **Escape** para voltar à tela de **Parâmetros de Dados**.
- Pressione **Escape** novamente para voltar à tela principal.





8.14. SALVANDO DADOS EM UM DISPOSITIVO USB

Nota: O dispositivo de armazenamento USB precisa estar em formato FAT ou FAT32.



Esta função permite salvar os resultados das sessões de registro de titulações em um dispositivo de armazenamento USB.

- Na tela principal, pressione  a tela de **Opções Gerais** será exibida.
- Destaque *Salvar Arquivos no Dispositivo USB* usando as teclas  e .
- Insira o dispositivo USB na entrada correspondente.
- Pressione  a **Lista de Arquivos no Titulador** será exibida.
- Use as teclas  e  para selecionar o arquivos de relatório.



- Pressione  para transferir todos os relatórios disponíveis para o dispositivo USB, ou destaque o nome do relatório a ser transferido e pressione .
- Transferir um arquivo de relatório fará com que o gráfico de titulação (arquivo *.BMP se aplicável) e o arquivo de registro correspondentes também sejam automaticamente transferidos.
- Pressione  para voltar à tela de **Opções Gerais**.
- Pressione  novamente para voltar à tela principal.

8.15. RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Ao usar as teclas  e  para navegar, os campos a seguir podem ser vistos na tela do titulador ou impressos. A mesma informação está disponível no arquivo do relatório salvo (KF_00003.rpt neste exemplo, com todos os campos selecionados).

HI933 - Titration Report

Method Name: Moisture in brake fluid
 Time & Date: 16:59 Dec 19, 2018
 Titration ID: KF_00010

Nr	Volume [ml]	mV	Time
0	0.0000	685.5	00:00:00
1	0.3261	685.0	00:00:02
2	0.3276	684.9	00:00:04
3	0.3306	684.1	00:00:06
4	0.3366	683.7	00:00:08
5	0.3486	682.7	00:00:10
6	0.3726	681.7	00:00:12
7	0.4126	678.0	00:00:15
8	0.4526	675.5	00:00:17
9	0.4926	673.0	00:00:19
10	0.5326	671.6	00:00:21
11	0.5726	669.6	00:00:23
12	0.6126	667.6	00:00:25
13	0.6526	666.7	00:00:27
14	0.6926	665.9	00:00:29
15	0.7326	665.0	00:00:31
16	0.7726	659.2	00:00:33
17	0.8126	654.9	00:00:35
18	0.8526	654.1	00:00:37
19	0.8926	649.6	00:00:39
20	0.9326	646.7	00:00:41
21	0.9726	635.8	00:00:43
22	1.0126	633.9	00:00:45
23	1.0526	622.4	00:00:47
24	1.0926	615.2	00:00:49
25	1.1326	587.8	00:00:51
26	1.1726	584.5	00:00:53
27	1.2126	550.1	00:00:55
28	1.2526	524.0	00:00:57
29	1.2926	452.3	00:00:59
30	1.3300	405.6	00:01:01
31	1.3671	290.6	00:01:03
32	1.3856	227.5	00:01:05
33	1.3949	197.5	00:01:07
34	1.3995	183.4	00:01:09
35	1.4017	187.7	00:01:11
36	1.4062	177.3	00:01:14
37	1.4062	184.0	00:01:16

38	1.4077	178.8	00:01:18
39	1.4077	174.7	00:01:20
40	1.4077	180.2	00:01:22
41	1.4077	174.7	00:01:24
42	1.4077	175.8	00:01:26
43	1.4077	179.3	00:01:28
44	1.4077	186.2	00:01:30
45	1.4092	182.1	00:01:32
46	1.4107	177.5	00:01:34
47	1.4107	174.2	00:01:36
48	1.4107	177.0	00:01:38
49	1.4107	183.3	00:01:40
50	1.4122	174.0	00:01:42
51	1.4122	175.3	00:01:44
52	1.4122	175.9	00:01:46
53	1.4122	181.6	00:01:48
54	1.4122	181.9	00:01:50
55	1.4137	185.7	00:01:52
56	1.4167	174.6	00:01:54
57	1.4167	170.3	00:01:56
58	1.4167	173.4	00:01:58
59	1.4167	174.6	00:02:00
60	1.4167	174.5	00:02:02
61	1.4167	177.2	00:02:04
62	1.4167	188.1	00:02:06
63	1.4182	179.7	00:02:08
64	1.4182	176.2	00:02:10
65	1.4182	185.7	00:02:12
66	1.4197	179.6	00:02:14
67	1.4197	175.7	00:02:17
68	1.4197	184.0	00:02:19
69	1.4212	169.9	00:02:21
70	1.4212	178.2	00:02:23

Titration Results

Method Name: Moisture in brake fluid
 Time & Date 16:59 Dec 19, 2018
 Sample Size: 0.6585 g
 Std. Titrant Conc.: 1.1608 mg/mL
 Drift Value: 15.2 µg/min
 End Point Volume: 1.421 mL
 Result: 0.2429 %
 Titration Duration: 03:18 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 69.9 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

1. CONFIGURAÇÃO

1.1. DESEMBALANDO

Remova o titulador e os acessórios da embalagem e examine cuidadosamente para garantir que não ocorreram danos durante o transporte. Para obter maior assistência, por favor entre em contato com a Hanna Instruments.

Cada HI933 é fornecido com:

ITEM	QUANT.
Titulador.....	1 un
Conjunto da Bomba de Dosagem.....	1 un
Conjunto da Bureta.....	1 un
• Bureta (com seringa de 5 mL)	
• Mangueira de Aspiração com Conexão e Mangueira de Proteção	
• Mangueira de Distribuição com Conexão e Mangueira de Proteção	
• Travas da Mangueira	
• Ferramenta para a Remoção da Tampa da Bureta	
• Tela de Proteção de Espectro de Luz	
Conjunto de Bomba de Ar e Agitador Magnético.....	1 un
Conjunto do Béquer.....	1 un
• Béquer de Vidro	
• Ponta de Distribuição de Vidro Antidifusão	
• Vedação do Béquer	
• Tampa do Béquer	
• Barra de Agitação	
• Dessecante	
• Cartucho do Dessecante	
• Encaixes	
• Anéis de Vedação	
Suporte do Béquer.....	1 un
Parafusos de Travamento da Bomba com Cabeça de Plástico.....	2 un
Conjunto do Frasco do Titulante.....	1 un
• Tampa do Frasco	
• Dessecante	
• Cartucho do Dessecante	
• Encaixes	
• Anéis de Vedação	
Conjunto do Frasco de Solvente.....	1 un
• Tampa do Frasco	
• Dessecante	
• Cartucho do Dessecante	
• Encaixes	
• Anéis de Vedação	
• Mangueiras (Silicone e PTFE)	

Conjunto de Frasco de Resíduos	1 pc
• Tampa do Frasco	
• Dessecante	
• Cartucho dessecante	
• Encaixes	
• O-rings	
• Mangueiras (Silicone e PTFE)	
Eletrodo Karl Fischer Pino Duplo de Platina	1 pc
Chave de Calibração.....	1 pc
Fonte de Energia	1 pc
Cabo USB	1 pc
Manual de Instruções.....	1 pc
Dispositivo USB.....	1 pc
Certificado de Qualidade	1 pc
Relatório de Conformidade da Bureta ISO 8655	1 pc

Veja a seção **Acessórios** para imagens.

Se algum dos itens estiver danificado ou faltando, entre em contato com a Hanna Instruments.

Nota: *Guarde todas as embalagens, até ter certeza de que o instrumento funciona corretamente. Qualquer item defeituoso ou avariado deve ser devolvido em sua embalagem original com os acessórios fornecidos.*

1.2. MEDIDAS DE SEGURANÇA

As medidas de segurança abaixo devem ser seguidas:

- 1) Nunca conecte ou desconecte a bomba de dosagem ou a bomba de ar e o conjunto de agitadores magnéticos com o titulador ligado.
- 2) Verifique se a bureta e os tubos conectados estão montados corretamente (veja **Manutenção, Periféricos, Manutenção da Bureta** para mais detalhes).
- 3) Sempre verifique se o titulante, solvente, frascos de resíduos e o béquer de titulação estão montados corretamente.
- 4) Sempre limpe os respingos e derramamentos imediatamente.
- 5) Evite trabalhar nas seguintes condições ambientais:
 - Vibrações severas
 - Luz solar direta
 - Umidade relativa atmosférica acima de 80% sem condensação
 - Temperaturas ambiente abaixo de 10°C e acima de 40°C
 - Riscos de explosão
- 6) A manutenção e/ou reparo do titulador devem ser realizados apenas por pessoas autorizadas.

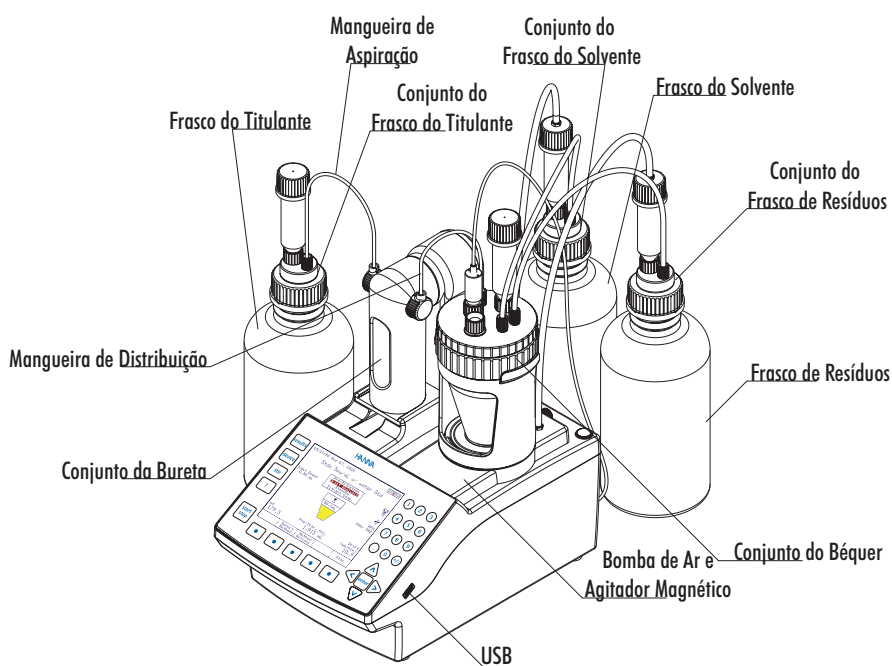
1.3. ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS

Medição	Faixa	100 ppm a 100%
	Resolução	1 ppm a 0.0001%
	Unidade de Resultado	%, ppm, mg/g, $\mu\text{g/g}$, mg, μg , mg/mL, $\mu\text{g/mL}$, mg/pc, $\mu\text{g/pc}$
	Tipo da Amostra	Líquida ou Sólida
Determinação	Condicionamento Pré Titulação	Automático
	Correção de Deriva de Fundo	Automático ou Valor Seleccionável pelo Usuário
	Critérios de Ponto Final	Persistência de mV fixa, parada de deriva relativa ou parada de deriva absoluta
	Dosagem	Dinâmica com pré-distribuição opcional
	Estatísticas dos Resultados	Média, Desvio Padrão
Sistema de Titulação	Resolução da Bomba de Dosagem	1/40000 do volume da bureta (0.125 μL por dose)
	Exatidão da Bomba de Dosagem	$\pm 0.1\%$ do volume inteiro da bureta
	Seringa	5 mL de precisão de aterramento com êmbolo PTFE
	Válvula	Material de contato líquido PTFE de 3 vias acionado por motor
	Mangueira	PTFE com bloco de luz e revestimento térmico
	Ponta de Distribuição	Vidro, posição fixa anti-difusão
	Vaso de Titulação	Cônico com o volume de operação entre 50-150 mL
	Sistema de Manipulação de Solventes	Sistema selado, bomba de ar de diafragma integrada
Eletrodo	Tipo	Eletrodo de polarização com pino duplo de platina
	Conexão	BNC
	Corrente de Polarização	1, 2, 5, 10, 15, 20, 30 or 40 μA
	Faixa de Voltagem	2 mV a 1000 mV
	Resolução de Voltagem	0.1 mV
	Exatidão	$\pm 0.1\%$
Agitador	Tipo	Agitador digital magnético, regulado eletronicamente
	Velocidade	200 a 2000 RPM
	Resolução	100 RPM
Armazenamento	Métodos	Até 100 métodos (padrão e definido pelo usuário)
	Relatórios	Até 100 relatórios de titulação completos e relatórios de taxa de deriva
Dispositivos Periféricos	Conexão com PC	1 x USB Padrão B
	USB	1 x USB Padrão A
	Balança Analítica	1 x Entrada DB-9
	Impressora	1 x Entrada DB-25
	Teclado de PC Externo	1 x Mini DIN de 6 pinos

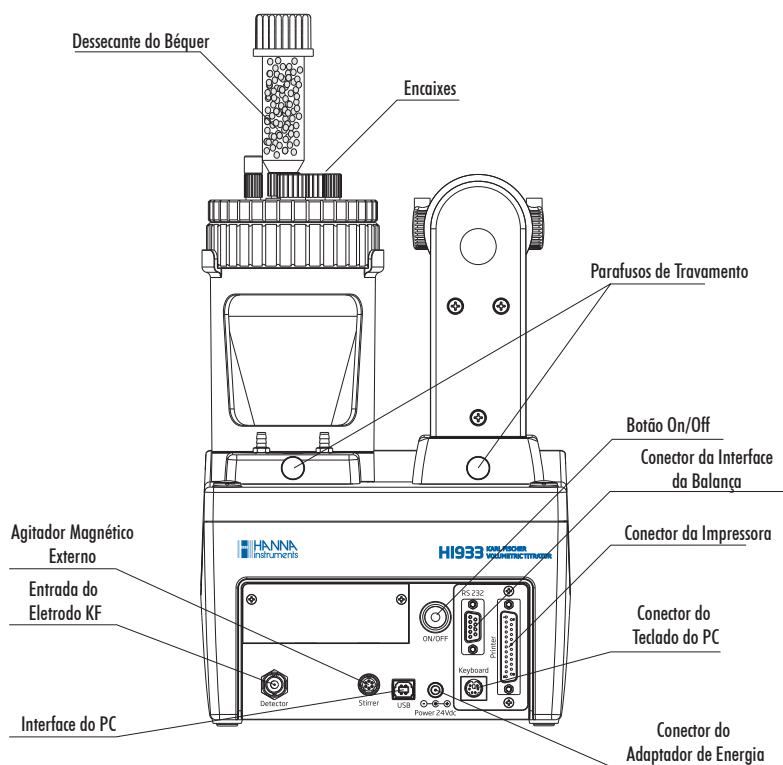
Especificações Adicionais	Tela	Visor gráfico colorido de 5,7" com luz de fundo
	Idioma	Inglês, Português, Espanhol, Francês
	Fonte de Energia	100-240 Vac, 50/60 Hz
	Consumo de Energia	0.5 Amps
	Material	ABS, PC e Aço Inoxidável
	Teclado	Poliéster
	Dimensões	315 x 205 x 375 mm
	Peso	Aproximadamente 4.3 kg com 1 bomba, agitador e sensores
	Ambiente Operacional	10 a 40 °C (50 a 104 °F); até 80 % UR
	Ambiente de Armazenamento	-20 a 70 °C (-4 a 158 °F); até 95 % UR

1.4. INSTALAÇÃO

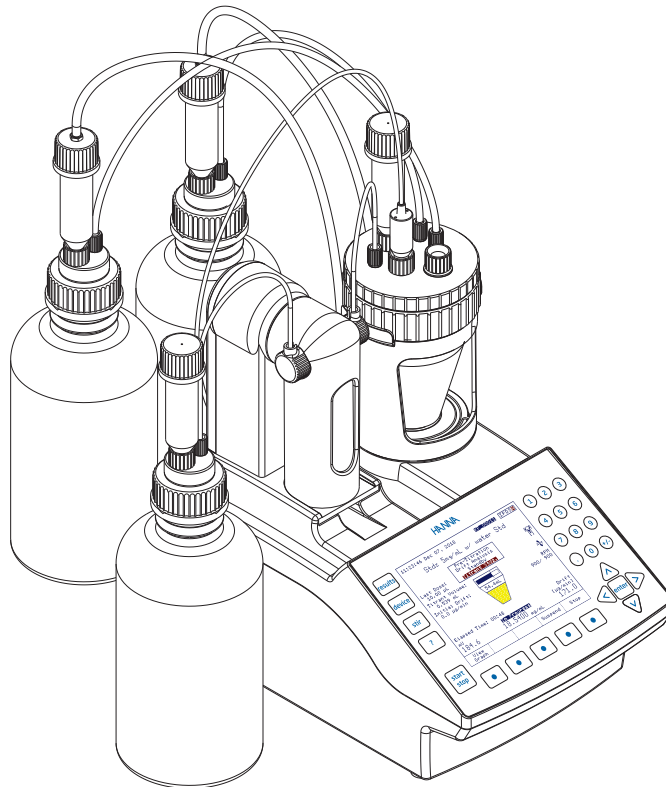
1.4.1. VISÃO DA PARTE DA FRENTE DO TITULADOR



1.4.2. VISÃO DA PARTE DE TRÁS DO TITULADOR



1.4.3. VISÃO LATERAL DO TITULADOR



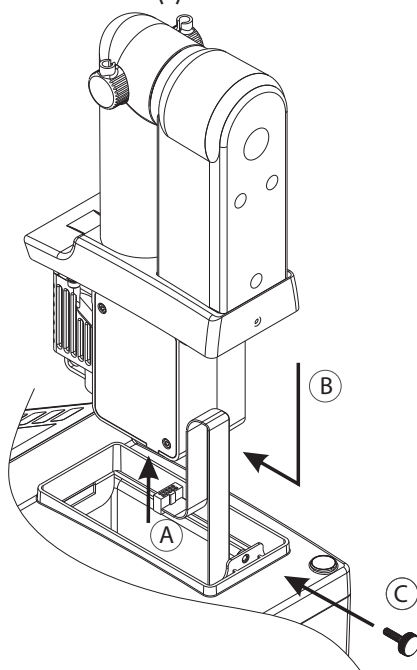
1.4.4. MONTAGEM DO TITULADOR

Nota: As operações de montagem devem ser concluídas antes de conectar o titulador à fonte de alimentação!

1.4.4.1. CONECTANDO A BOMBA

Para conectar a bomba de dosagem, siga estes passos:

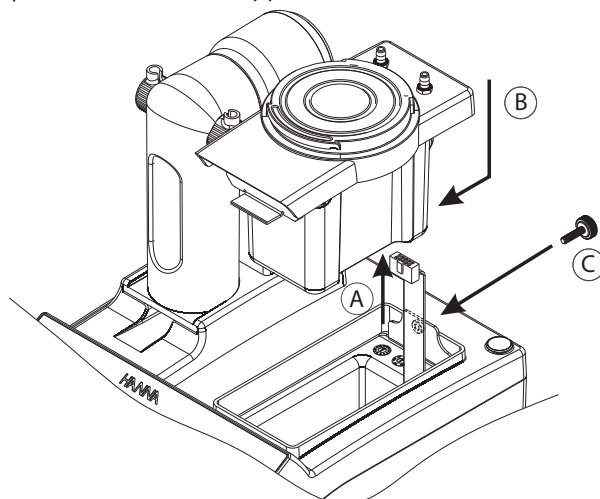
- Retire o cabo da bomba de dentro do compartimento esquerdo.
- Conecte o cabo na bomba como mostrado abaixo (A). O conector está localizado na parte inferior da bomba.
- Coloque a bomba no titulador (B), em seguida, deslize-a em direção à parte da frente do titulador até que esteja firmemente travada.
- Fixe a bomba com o parafuso de travamento (C).



1.4.4.2. CONECTANDO A BOMBA DE AR E AGITADOR MAGNÉTICO

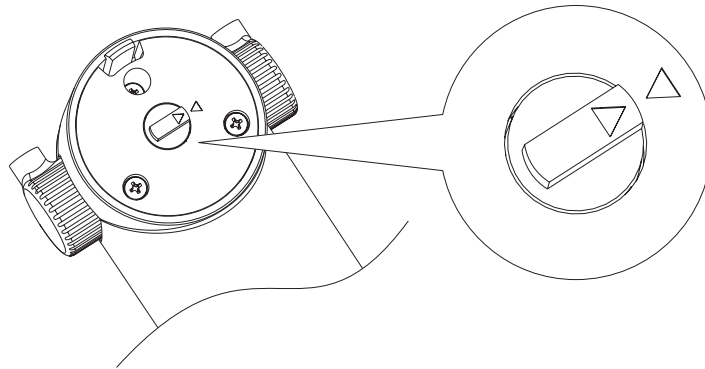
Para conectar a bomba de ar e agitador magnético, siga os passos abaixo:

- Retire o cabo da bomba de ar de dentro do compartimento direito.
- Conecte o cabo na bomba de ar como mostrado abaixo (A). A bomba de ar e o agitador magnético estão localizados na parte inferior do conjunto.
- Abaixar a bomba no titulador (B), em seguida, deslize-a em direção à parte da frente do titulador até que esteja firmemente travada.
- Fixe a bomba com o parafuso de travamento (C).

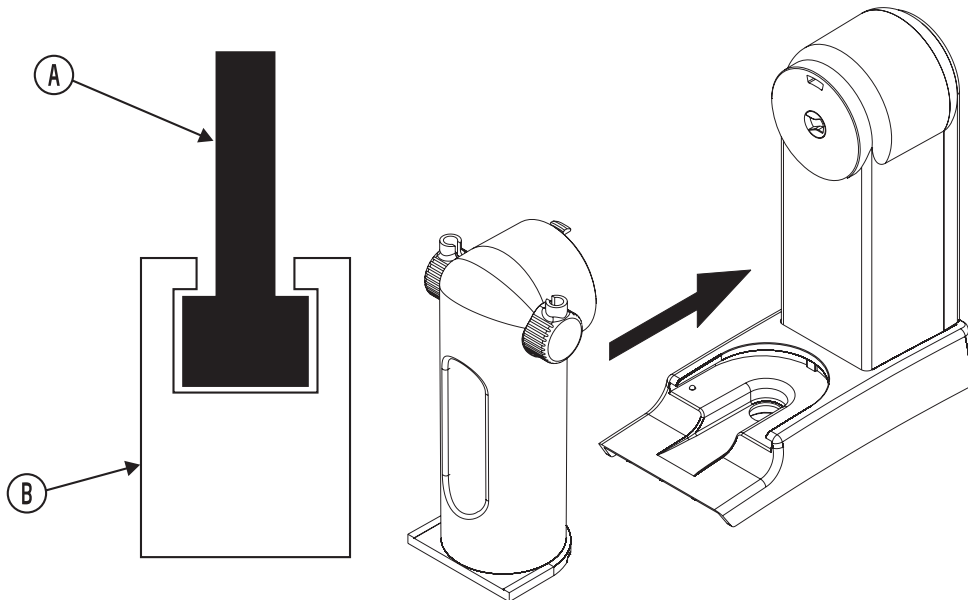


1.4.4.3. CONECTANDO A BURETA

Certifique-se de que a marca da tampa de acionamento da válvula e o corpo da bureta estejam alinhados conforme mostrado abaixo.



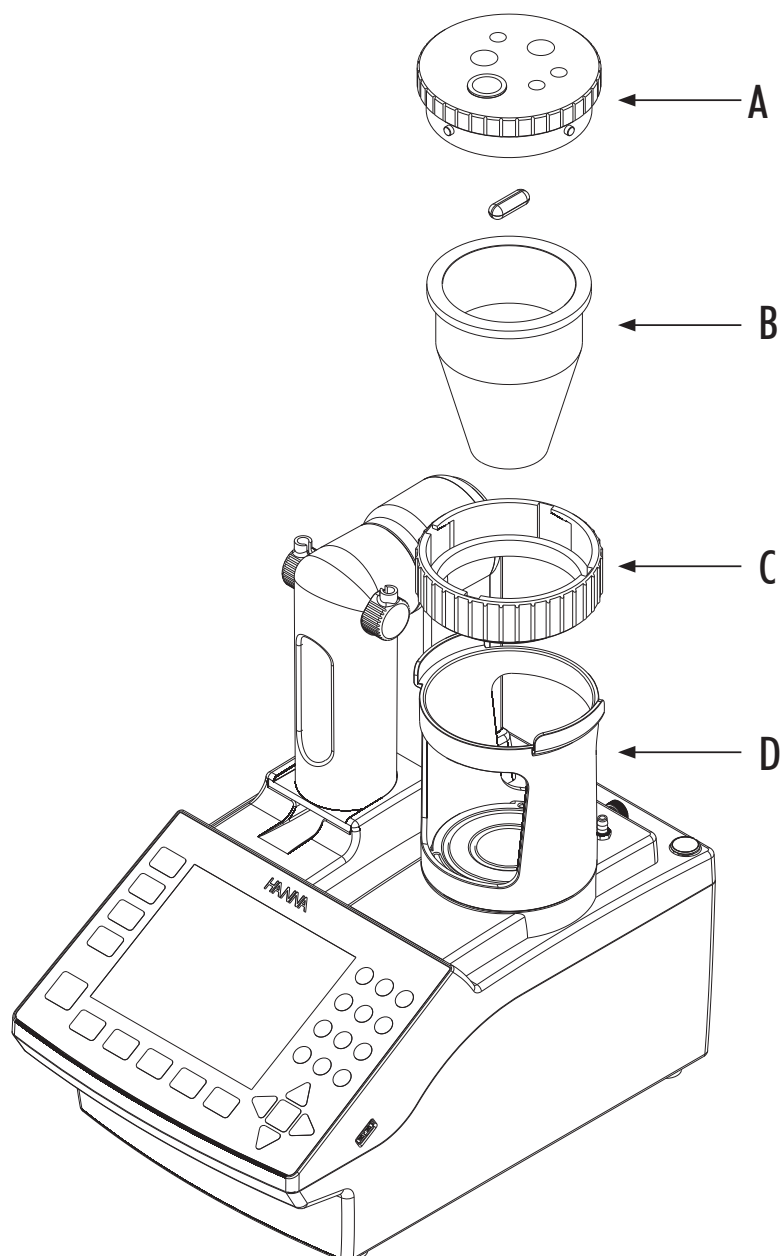
Enquanto assegura o acoplamento correto entre o êmbolo da seringa (A) e o pistão da bomba (B), deslize a bureta no suporte da bomba de bureta.



1.4.4.4. MONTANDO O BÉQUER

Para anexar o conjunto do béquer siga os passos abaixo:

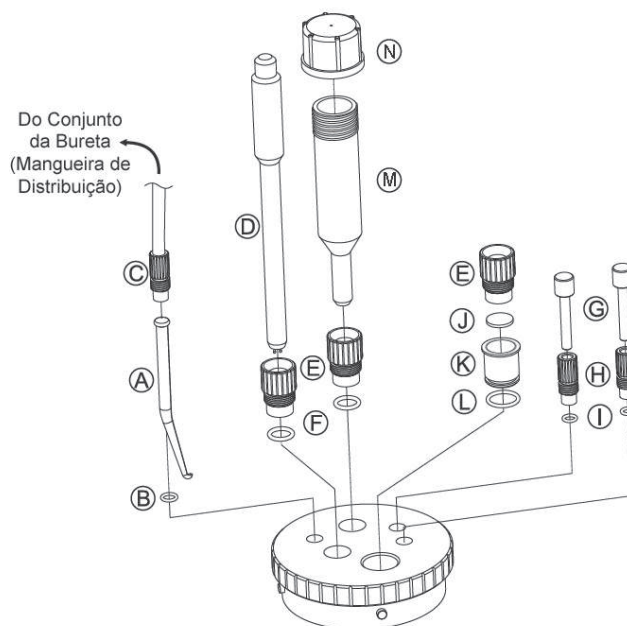
- Alinhe o suporte do béquer (D) com a placa de base e prenda girando no sentido horário.
- Coloque o anel do béquer (C) no suporte do béquer (D) com os encaixes em cima.
- Insira o béquer de vidro (B) no anel do béquer (C).
- Adicione a barra de agitação ao béquer de vidro (B).
- Coloque cuidadosamente a tampa (A) no béquer (B). Fixe no lugar empurrando a tampa do béquer através do anel do béquer (C) com os 4 encaixes do anel alinhados com os 4 pinos na tampa do béquer.
- Gire o anel do béquer (C) sentido anti-horário para travar a tampa no lugar.



1.4.4.5. TOPO DO BÉQUER

Aviso! Não aperte demais os encaixes! Isso pode causar danos permanentes nos o-rings e na tampa do béquer!

Para montar a tampa do béquer siga os passos abaixo:



1.4.4.5.1. PONTA DE DISTRIBUIÇÃO ANTI-DIFUSÃO E MANGUEIRA DE DISTRIBUIÇÃO

Para instalar a ponta de distribuição anti-difusão e mangueira de distribuição siga os passos abaixo:

- Empurre a ponta de distribuição (A) pelo o-ring (B) até que o ele esteja no bocal da ponta. Passe a ponta pela entrada correta (o **HI933** é fornecido com a ponta de distribuição e o-ring instalados).
- Posicione a ponta de maneira que a parte angular está direcionada ao centro do conjunto.
- Aperte a mangueira de distribuição (C) do conjunto da bureta a entrada da ponta de distribuição utilizando o encaixe. Garanta que a ponta esteja voltada ao centro do béquer.

1.4.4.5.2. ELETRODO KARL FISCHER

Para instalar o eletrodo de Karl Fischer na tampa do béquer, siga os passos abaixo:

- Cuidadosamente insira o eletrodo (D) pelo encaixe de 10-mm (E) e o o-ring de 10-mm (F).
- Insira o eletrodo pela entrada correta na tampa do béquer.
- Alinhe os pinos no centro do béquer, aperte o encaixe de 10-mm (E) na tampa do béquer. O eletrodo deve estar o mais próximo do fundo do béquer sem tocar a barra de agitação.

1.4.4.5.3. SISTEMA DE MANIPULAÇÃO DE SOLVENTE

Para anexar a mangueira do frasco de solvente ou a mangueira do frasco de resíduos, siga os passos abaixo:

- Desaperte o encaixe de 5-mm (H) na porta do solvente e/ou resíduos.
- Retire os plugs necessários (G).
- Insira a mangueira de PTFE azul do conjunto de frascos de solvente e/ou resíduos pelo encaixe de 5-mm (H) e o-rings (I) até que cerca de 1 cm da mangueira esteja visível dentro do béquer.
- Aperte os encaixes de 5-mm (H). Isso fará com que os o-rings (I) sejam selados em volta das mangueiras.

1.4.4.5.4. PLUGUE DA PORTA DE AMOSTRA

O **HI933** é fornecido com o plugue da porta de amostra montado e instalado. Para trocar o septo de borracha, siga os passos abaixo:

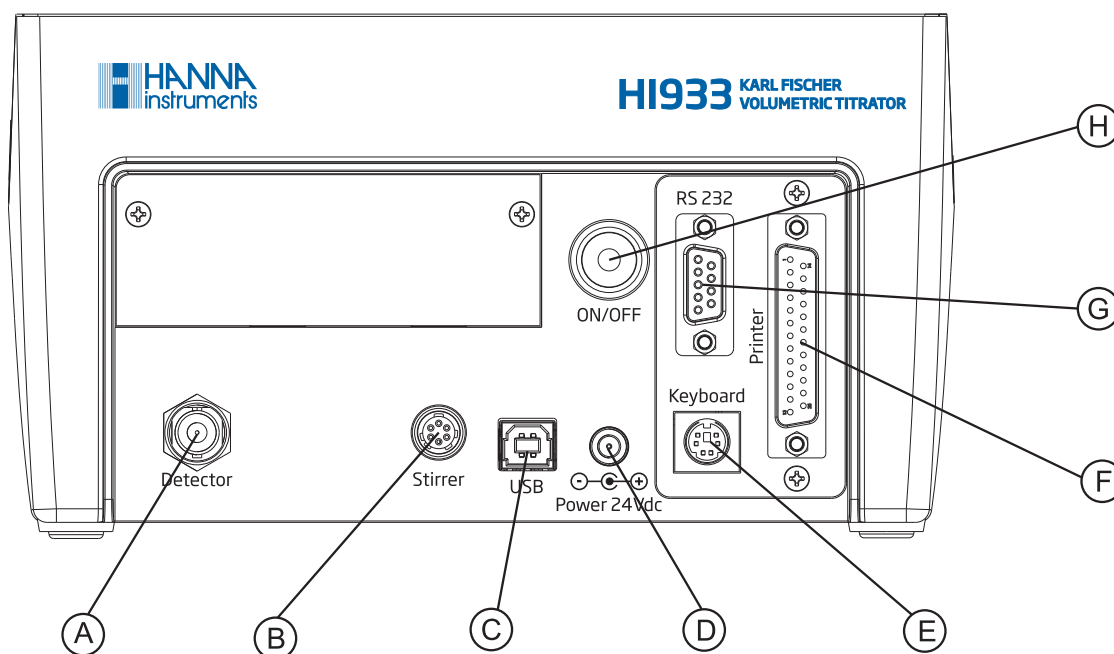
- Insira um septo de borracha vermelha (J) no suporte do septo (K).
- Fixe com um encaixe de 10 mm (E).
- Coloque o o-ring (L) da porta de amostra na fenda do suporte do septo (K).
- Insira o plugue da porta de amostra montado na porta dedicada da tampa do béquer.

1.4.4.5.5. CARTUCHO DESSECANTE

- Insira a haste de um cartucho dessecante (M) com uma tampa lisa (N) através de um encaixe de 10 mm (E) e um o-ring de 10 mm (F).
- Insira na porta apropriada da tampa do béquer.
- Fixe com um encaixe de 10 mm.

1.4.4.5.6. CONEXÕES ELÉTRICAS

- Conecte o eletrodo KF ao conector BNC (A).
- Conecte o cabo do adaptador de energia à entrada de energia (D).



	Função	Tipo de Conector
A	Detector	Entrada BNC
B	Agitador	Entrada DIN de 6 pinos
C	interface USB	USB tipo B
D	Entrada de Energia (24VDC)	Entrada de conector de energia DC
E	Teclado de PC externo	mini-DIN de 6 pinos (Padrão PS/2)
F	Impressora	Entrada DB-25
G	RS232 Interface (Interface de Balança)	Entrada DB-9
H	Interruptor Liga/Desliga	

1.4.4.6. MONTAGEM DOS FRASCOS DE TITULANTE, SOLVENTE E RESÍDUOS

Os conjuntos de tampa de garrafa são equipados com cartuchos dessecantes contendo sílica em gel indicadora que garante que o ar que passa pelo sistema de manuseio de solvente tenha sido seco.

O dessecante tem uma capacidade limitada para absorver a umidade e normalmente se esgota após 2 a 4 semanas. A sílica-gel, indicadora ou não, pode ser regenerada a 150 °C.

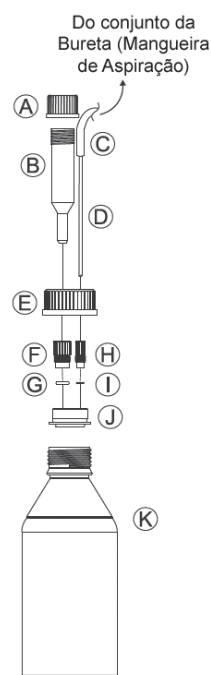
As tampas dos frascos são feitas de PTFE e foram projetadas para acomodar frascos de reagentes com tampas rosqueadas do tipo GL-45. Os conjuntos de tampas de frascos de resíduos e solventes incluem tubulação azul PTFE para o manuseio do solvente líquido Karl Fischer e uma tubulação flexível de silicone transparente para uso com a bomba de ar.

1.4.4.6.1. MONTAGEM DO FRASCO DE TITULANTE (HI900530)

Cuidado: A maioria dos titulantes Karl Fischer emitem vapores nocivos. Consulte a Ficha de Dados de Segurança do fabricante para obter diretrizes de manuseio seguro.

Para montar o frasco de titulante, siga os passos abaixo:

- Insira a tampa de PTFE (J) em uma tampa de rosca GL45 (E).
- Insira um cartucho dessecante (B) sem emenda de mangueira (A) através de um encaixe de 10 mm (F) e um o-ring de 10 mm (G).
- Insira e rosqueie o conjunto do cartucho dessecante no furo correspondente na tampa de PTFE branco (J). Fixe com um encaixe de 10 mm (F).
- Certifique-se de que o protetor da mangueira (C) esteja instalado na mangueira de aspiração (D).
- Insira a mangueira de aspiração da bureta (D) na conexão correspondente de 3 mm (H) e fixe o o-ring de 3 mm (I).
- Insira e rosqueie a conexão da mangueira de aspiração no furo correspondente.
- Empurre a mangueira de aspiração completamente para dentro do frasco de titulação até que somente o protetor (C) seja visível fora do frasco de titulante (K).
- Rosqueie a tampa GL45 (E) com o conjunto completo no frasco de titulante (K).

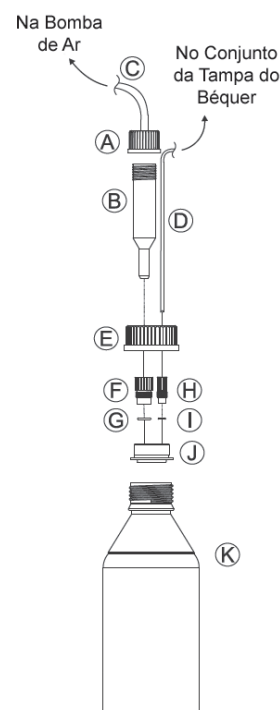


1.4.4.6.2. MONTAGEM DO FRASCO DE SOLVENTE/RESÍDUOS (HI900531)

Cuidado: A maioria dos solventes Karl Fischer emitem vapores nocivos. Consulte a Ficha de Dados de Segurança do fabricante para obter diretrizes de manuseio seguro.

Para montar o frasco de solvente e de resíduos, siga os passos abaixo:


- Insira a tampa de PTFE (J) em uma tampa de rosca GL45 (E).
- Rosqueie a tampa do dessecante com emenda de mangueira (A).
- Insira um cartucho dessecante (B) com tampa com emenda de mangueira (A) através do encaixe de 10-mm (F) e do o-ring de 10-mm (G).
- Insira e rosqueie o encaixe do dessecante no furo correspondente. Fixe o conjunto do cartucho dessecante à tampa de PTFE (J) com encaixe de 10 mm (F).
- Insira o tubo de solvente/resíduos (D) na conexão de 5 mm (H) e fixe o o-ring (I).
- Insira e rosqueie o encaixe do tubo no furo correspondente.
- Rosqueie a tampa GL45 (E) com montagem completa na frasco de titulante (K).
- Adicione o tubo de ar (C) à tampa do dessecante (A) e conecte-o à posição correspondente na bomba de ar. A posição "Fill" se conecta ao conjunto do frasco de solvente. A posição "Empty" conecta-se ao conjunto do frasco de resíduos.

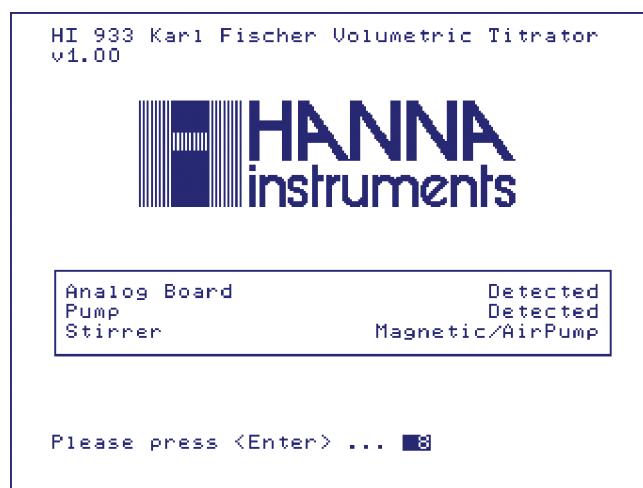


2. INTERFACE DE USUÁRIO

2.1. INICIALIZAÇÃO

Depois de montar e instalar o instrumento, siga os passos abaixo para iniciar o titulador:

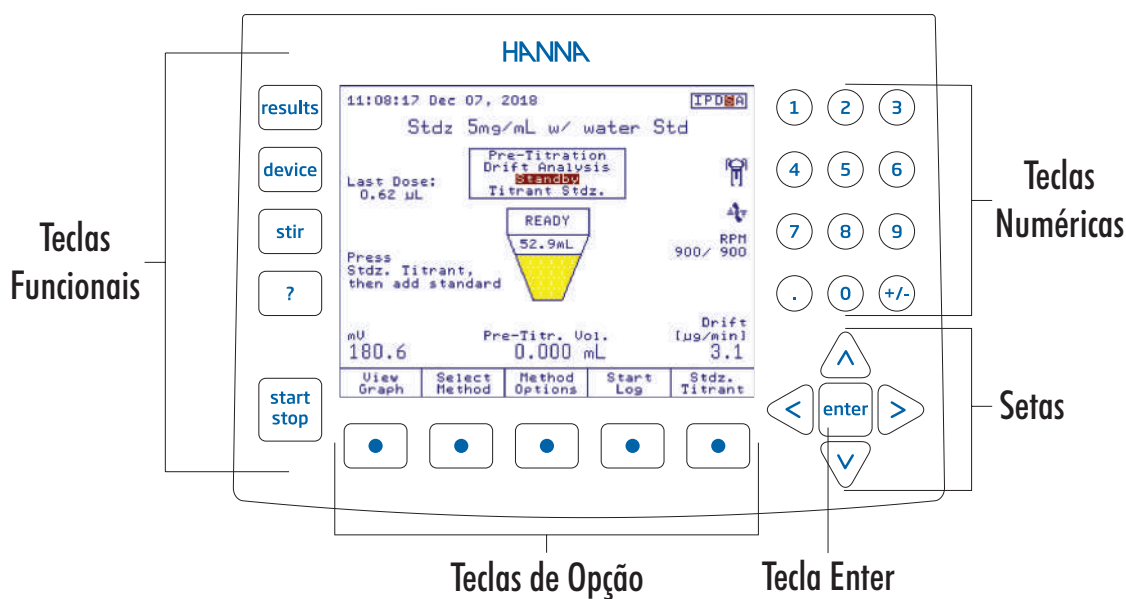
- Conecte o adaptador de energia fornecido à uma tomada.
- Ligue o titulador usando o interruptor localizado na parte de trás do equipamento.
- Espere o titulador finalizar o processo de inicialização.
- Pressione  quando o equipamento pedir ou aguarde alguns segundos para que o titulador inicie.



Nota: Todos os processos de inicialização devem ser completados com sucesso. Se um dos processos falhar, reinicie o titulador. Se o problema persistir, entre em contato com a Hanna Instruments.






2.2. TECLADO

O teclado do titulador é agrupado em 5 categorias, como descrito a seguir:



2.2.1. TECLAS FUNCIONAIS

Se uma dessas teclas for pressionada, a função associada é imediatamente executada. Algumas das teclas só estão ativas em telas específicas:

-  Inicia ou para a sequência de titulação
-  Liga e desliga o agitador
-  Reservado
-  Acesso ao menu de resultados (relatórios, GLP, informação do medidor, configuração do relatório)
-  Exibe ajuda contextual

2.2.2. TECLAS DE OPÇÃO

Essas teclas são designadas para as teclas virtuais presentes na tela. As funções estão listadas nas caixas acima dos botões e variam dependendo da tela em exibição no momento.





Uma tecla virtual sublinhada também pode ser ativada pressionando .

2.2.3. TECLAS DE SETAS

Possuem as funções a seguir:

- Mover o cursor na tela.
- Aumentar e diminuir a velocidade do agitador e outras configurações.
- Selecionar um caractere (apenas na tela alfanumérica).
- Para navegar pelas opções do menu.

2.2.4. TECLAS NUMÉRICAS

-  a  Usadas para entrada numéricas.
-  Alterna entre valores positivos e negativos.
-  Ponto decimal.

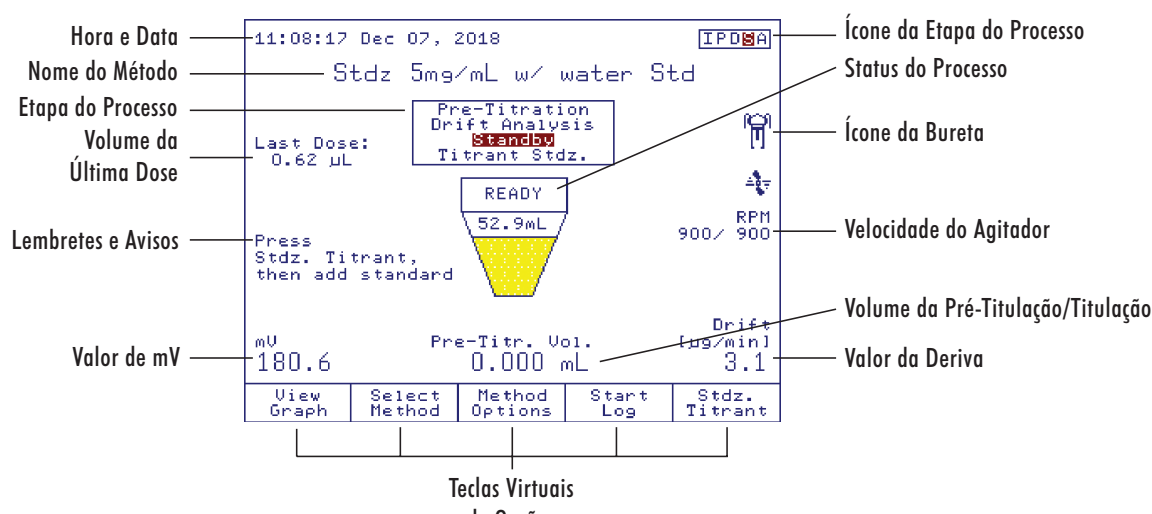
2.2.5. TECLA ENTER

Essa tecla realiza as seguintes funções:

- Aceita a entrada de dados alfanuméricos.
- Executa a tecla de opção virtual padrão (sublinhada).

2.3. TELA

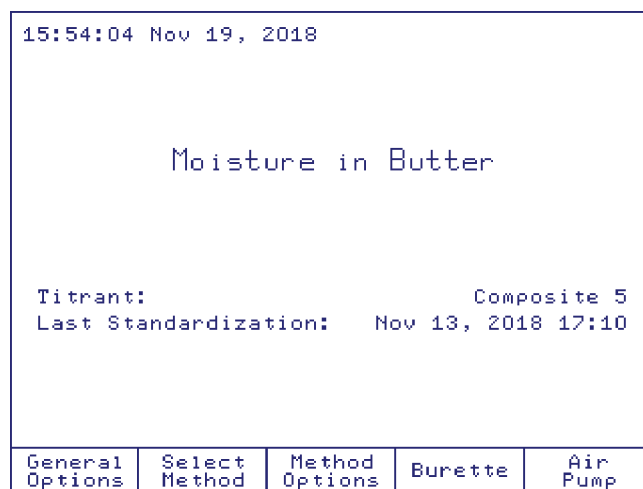
O titulador tem um grande visor gráfico colorido. A tela principal é mostrada abaixo com pequenas explicações sobre os segmentos.



A interface do usuário contém várias telas para cada função do titulador.

2.3.1. TELA DE DESCANSO

Ao ligar o instrumento, a primeira tela a ser exibida é a do modo de descanso.



Campos da Tela de descanso:

Nome do Método:

Exibe o nome do método selecionado.

Hora e Data:

Exibe a data e a hora atual.

Informações do Agitador:

A velocidade real / definida do agitador é exibida em RPM. Quando o agitador está desligado, as informações do agitador não são exibidas.

Titulante:

Exibe o nome do titulante atual.

Última Padronização:

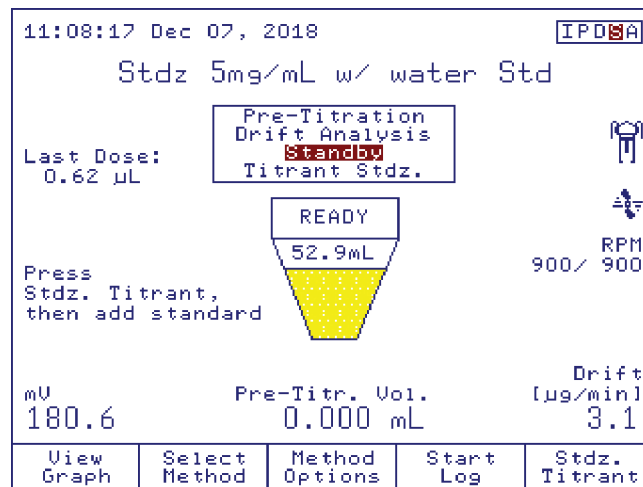
Exibe a data/hora da padronização do titulante.

Lembretes:

Indica quando uma tarefa precisa ser realizada e exibe mensagens de erro ou aviso.

2.3.2. TELA DE PROCESSO

Quando o usuário pressiona **start stop** na tela de descanso, todos os processos relacionados à titulação são iniciados. A titulação é exibida na **Tela de Processo**.

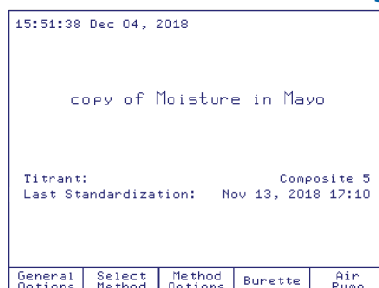


Campos da Tela de Processo:

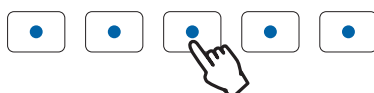
- Nome do Método:** Exibe o nome do método selecionado.
- Hora e Data:** Exibe a data e a hora atual.
- Campo da Etapa do** Exibe o processo atual (Pré-Titulação, Análise de Deriva, Descanso, Análise de Amostra, Padronização de Titulante).
- Status do Processo:** Exibe o status do processo com um desenho descritivo.
- Leitura de mV:** Exibe o potencial do eletrodo de KF.
- Titulante Distribuído:** Exibe o volume total do titulante distribuído.
- Última Dosagem:** Exibe o volume da última dosagem de titulante.
- Valor de Deriva:** Exibe o valor de Deriva (quando disponível).
- Informações do Agitador:** A velocidade real / definida do agitador é exibida em RPM.
- Status da Bureta:** Um desenho descritivo é exibido indicando que a bureta está ativa e não pode ser removida.
- Lembretes:** Indica quando uma tarefa precisa ser realizada e exibe mensagens de erro ou aviso.

2.4. NAVEGAÇÃO DO MENU

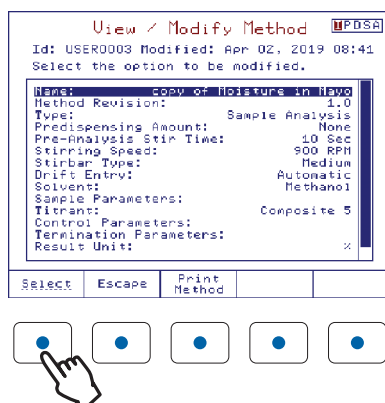
2.4.1. SELECIONANDO UMA OPÇÃO



Para selecionar uma opção, pressione a tecla de opção abaixo da tela virtual. Por exemplo, para acessar a tela de **Opções de Método** pressione a tecla de opção abaixo dela.



2.4.2. SELECIONANDO UM ITEM DO MENU

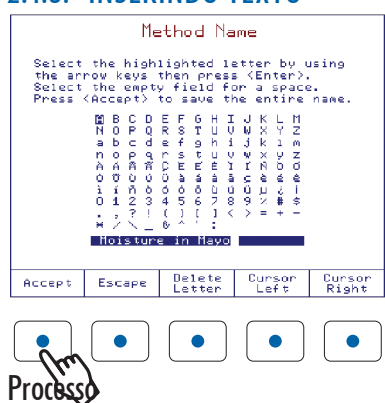


Para selecionar um item na tela do menu use as teclas de seta e para mover o cursor.

Quando o menu for maior do que a tela, uma barra de rolagem aparecerá no lado direito.

Para ativar o item selecionado, pressione ou .

2.4.3. INSERINDO TEXTO

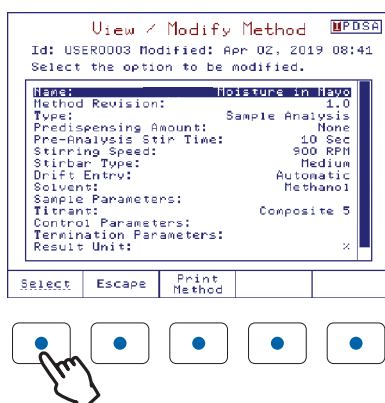


Para inserir texto em uma caixa de entrada alfanumérica, primeiro apague o texto disponível usando a tecla .

Para inserir uma letra, destaque-a usando as teclas de seta e em seguida pressione . Use o mesmo procedimento para inserir o restante do texto.

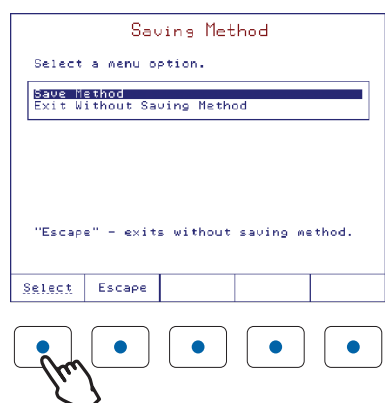
Para editar, use as teclas e .

Quando terminar de editar, pressione .



O nome do método será atualizado e exibido no campo de nome na tela de **Visualizar/Modificar Método**.

Quando todos os parâmetros desejados forem definidos, pressione .




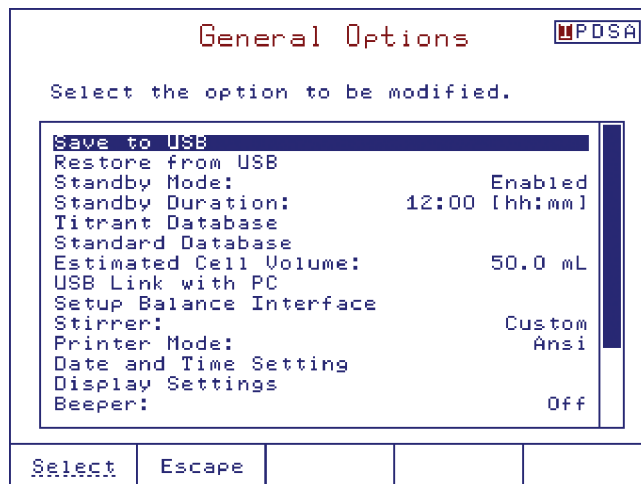
2.4.4. SALVANDO AS ALTERAÇÕES

A tela de **Salvar Método** permite que o usuário salve as alterações. Para sair sem salvar, pressione ou destaque a opção *Sair Sem Salvar Método* e pressione . Para salvar as alterações, destaque a opção *Salvar Método* e pressione .

Nota: Para acessar o menu de ajuda contextual, pressione a qualquer momento. O texto de ajuda será relacionado à tela exibida. Pressione ou novamente para voltar à tela anterior.

3. OPÇÕES GERAIS

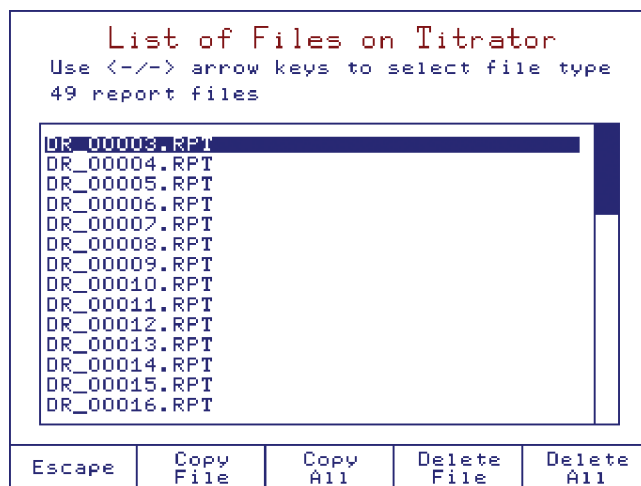
A tela de **Opções Gerais** dá acesso às opções que não estão diretamente relacionadas com o processo de titulação. Para acessar esta tela, pressione  no modo de tela principal. No processo de Pré-titulação, Análise de Deriva, Standby ou Titulação, as Opções Gerais podem ser acessadas pressionando a tecla <<Home>> em um teclado PS/2.



3.1. SALVAR ARQUIVOS EM UM DISPOSITIVO USB

Nota: O dispositivo USB deve estar formatado em FAT ou FAT32.

Permite que o usuário salve arquivos do titulador em um dispositivo de armazenamento USB.



No titulador, os tipos de arquivos disponíveis são:

- | | | |
|---|---|---|
| Arquivos de Métodos Padrão | - | HIXXXYY.MTD (e.g.: HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD) |
| Arquivos de Métodos do Usuário | - | USERXXX.MTD (e.g.: USER0001.MTD) |
| Arquivos de Relatório de Titulação/Deriva | - | DR_XXXX.RPT, KF_XXXX.RPT (e.g.: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT) |

Insira o dispositivo de armazenamento USB na entrada localizada na lateral esquerda do titulador.

Utilize as teclas << e >> para selecionar o tipo de arquivo. O número de arquivos e os nomes dos arquivos serão exibidos.

Utilize as teclas ▲ e ▼ para percorrer a lista.

As teclas de opção permitirão as seguintes operações:

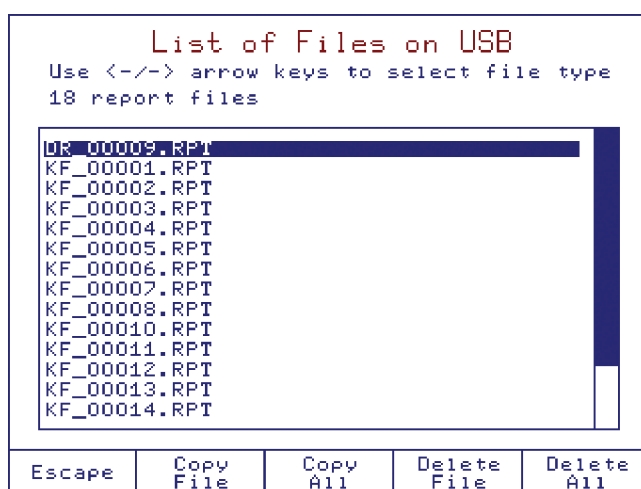
Escape	Volta para a tela de Opções Gerais .
Copy File	Copia o arquivo destacado do titular para um dispositivo USB.
Copy All	Copia todos os arquivos exibidos do titular para um dispositivo USB.
Delete File	Apaga o arquivo destacado.
Delete All	Apaga todos os arquivos exibidos.

Nota: Os arquivos salvos serão salvos na chave USB da pasta **HI933** como mostrado a seguir:

- Métodos: **USB Drive\HI933\Methods*.mtd**
- Relatórios: **USB Drive\HI933\Reports*.rpt**

3.2. RESTAURAR ARQUIVOS A PARTIR DE UM DISPOSITIVO USB

Permite que o usuário transfira arquivos de um dispositivo de armazenamento USB para o titular.



Os tipos de arquivos que podem ser transferidos são:

Arquivos de Métodos Padrão	-	HIXXXYY.MTD (e.g.: HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD)
Arquivos de Métodos do Usuário	-	USERXXX.MTD (e.g.: USER0001.MTD)
Arquivos de Relatório de Titulação/Deriva	-	DR_XXXX.RPT, KF_XXXX.RPT (e.g.: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT)

Insira o dispositivo USB na entrada no lado direito do titular.

Utilize as setas << e >> para selecionar o tipo de arquivo. O número de arquivos e nome de arquivos serão exibidos.

Utilize as setas ^ e v para percorrer a lista.

As teclas de opção permitirão as seguintes operações:

Escape	Volta para a tela de Opções Gerais .
Copy File	Copia o arquivo destacado do dispositivo USB para o titular.
Copy All	Copia todos os arquivos exibidos do dispositivo USB para o titular.
Delete File	Apaga o arquivo destacado do dispositivo USB.
Delete All	Apaga todos os arquivos exibidos do dispositivo USB.

Nota: Para restaurar arquivos do dispositivo USB, certifique-se de que os métodos e/ou relatórios que você deseja transferir para o titular estão na pasta correta:

- Métodos: **USB Drive\HI933\Methods*.mtd**
- Relatórios: **USB Drive\HI933\Reports*.rpt**

3.3. MODO STANDBY

Opção: Desabilitada ou Habilitada

Quando habilitar esta opção o titulador retornará ao modo Standby automaticamente após a titulação ser finalizada.

Standby Mode				
Select the option for standby mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Disabled Enabled </div>				
Select	Escape			

3.4. TEMPO DO STANDBY

Opção: 10 minutos a 72 horas

O usuário pode inserir o período de tempo em que a célula é mantida seca e pronta para análises subsequentes quando a titulação for finalizada.

Standby Duration				
Enter time period (at least 10 min.) for which titrator will run in standby mode.				
hours		minutes		
12		00		
Low Limit: 00:10				
High Limit: 72:00				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

O agitador externo é detectado automaticamente quando conectado.

3.5. BASE DE DADOS DO TITULADOR

Essa tela permite ao usuário armazenar informações sobre titulantes, incluindo o nome e informação de padronização.

Titrant Database			
Select the KF titrant to be modified.			
KF Titrant Composite 2 Composite 1			
Titrant Type: One-component Nominal Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL Standardized Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL Date/Time: Jan 22, 2018 12:18 Titrant Age Reminder: Disabled			
Escape	Edit	New Titrant	Delete

O titulante do método atualmente selecionado não pode ser modificado desta tela. Para detalhes na funcionalidade completa da base de dados, veja a seção de [Opções de Método](#).

3.6. BASE DE DADOS PADRÃO

Essa tela permite ao usuário armazenar informações sobre padrões, incluindo nome e concentração.

Standard Database			
Select the KF standard to be modified.			
KF Standard Liquid 10 mg/g Liquid 1.0 mg/g Liquid 0.1 mg/g Sodium Tartrate			
Water Content: 10.0000 Concentration Unit: mg/g Type: Liquid by mass Standard Density: 1.000 g/mL			
Escape	Edit	New Standard	Delete

O padrão para o método selecionado atual não pode ser modificado desta tela. Para detalhes no funcionamento completo da base de dados, veja a seção de [Opções de Métodos](#).

3.7. VOLUME ESTIMADO DA CÉLULA

Opção: 0.0 mL a 200.0 mL

Utilize o teclado numérico para inserir o volume estimado da solução no béquer de titulação.

Estimated Cell Volume				
Confirm the cell has been filled to the "Min" line or enter approximate cell volume.				
<div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 15px; margin: 0 auto; background-color: black; color: white; display: flex; align-items: center; justify-content: center;">50.0 mL</div>				
Low Limit: 0.0 mL High Limit: 200.0 mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

3.8. CONEXÃO USB COM PC

Para utilizar este recurso, o cabo USB deve ser conectado do titulado ao PC. O programa **HI900** para computador deve estar aberto e funcionando.

USB Link with PC				
Inactive				
Speed 19200				
	Escape			

"Ativo/Inativo" mostra o status do link USB com o PC.

"Ativo" o titulador está utilizando a comunicação USB com o PC e não com outro dispositivo.

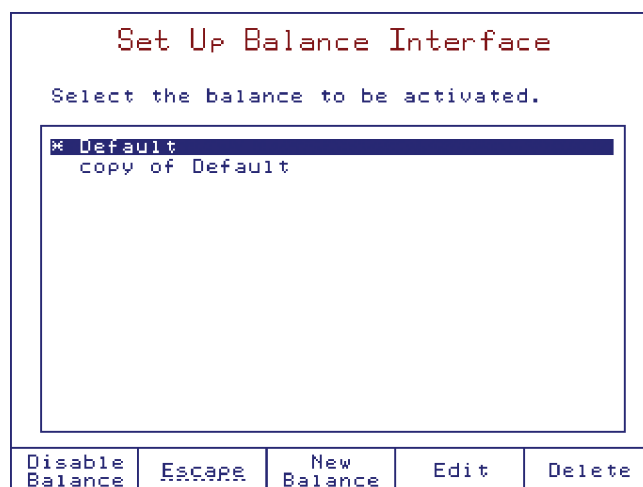
"Pronto" o titulador consegue se comunicar com o PC.

Durante a transferência de qualquer informação entre o PC e o titulador, a mensagem "Transmitir" e o status são exibidos.

Nota: Para permitir o acesso dos nossos usuários a versão mais recente do software para PC compatível, os produtos estão disponíveis para download em <http://software.hannainst.com>. Selecione o código do produto e clique em **Download Now**. Após o download ser concluído, utilize o arquivo setup.exe para instalar o software.

3.9. CONFIGURAR INTERFACE DA BALANÇA

Essa tela permite ao usuário configurar uma balança analítica para aquisição automática de massa de amostra antes da titulação ou padronização.



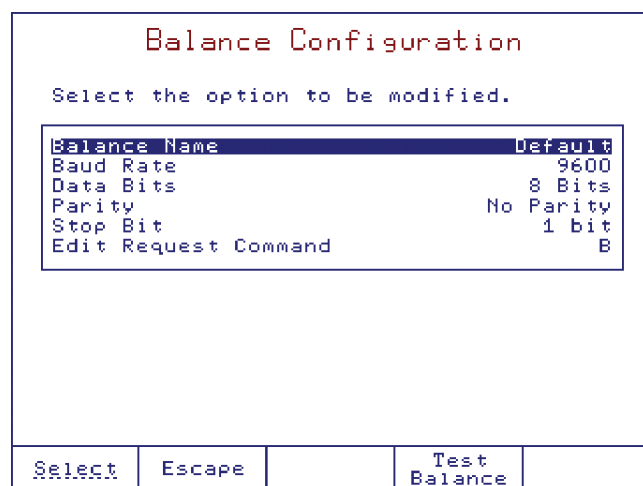
A balança é conectada ao titulador pela interface RS 232.

- Habilita a balança selecionada.
- Desabilita a balança selecionada (a aquisição automática de peso não estará disponível).
- Volta a tela de **Opções Gerais**.
- Adiciona uma nova balança à lista.
- Customize os parâmetros da comunicação serial. A tela de **Configuração da Balança** irá abrir.
- Apaga a balança destacada.

Nota: Ao menos uma balança deve estar na lista.

Garanta que as configurações da balança combinam com as configurações da sua balança (taxa de transmissão, bits de dados, paridade, parar número de bits, sintaxe do comando de solicitação). Pode ser necessário alterar as configurações na sua balança, consulte o manual de instruções da balança para mais informações.

Antes de sair dessa tela, pressione a tecla para garantir que a conexão com a balança está funcionando corretamente.



3.10. AGITADOR

Opção: Interno, Externo, Personalizado

Permite que o usuário selecionar o agitador magnético interno, um agitador magnético externo ou um agitador controlado pelo usuário sem controle pelo titulado (personalizado).

Stirrer							
Select the option.							
<table><tr><td>Internal</td></tr><tr><td>External</td></tr><tr><td>Custom</td></tr></table>					Internal	External	Custom
Internal							
External							
Custom							
Select	Escape						

3.11. MODO IMPRESSORA

Opção: Ansi, Ascii, Text

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

Modo Ansi : Use este modo quando a impressora estiver configurada para ANSI. Neste caso, todos os caracteres/símbolos com acento disponíveis no titulado serão impressos.

Modo Ascii: Use este modo quando a impressora estiver configurada para ASCII. Neste caso, apenas alguns caracteres/símbolos com acento disponíveis no titulado serão impressos.

Modo Text: Use este modo quando não precisar imprimir caracteres acentuados.

3.12. DEFINIÇÃO DE DATA E HORA

Permite que o usuário defina a data e hora.

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

Pressione  para mover o cursor para o próximo campo.

Pressione  ou  para alterar o formato da 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

3.13. DEFINIÇÕES DE TELA

Permite a personalização dos recursos de visualização da tela.


Teclas de Opção:

 Aumenta o intervalo de tempo da luz de fundo

 Diminui o intervalo de tempo da luz de fundo

A intensidade da luz de fundo pode ser ajustada utilizando as teclas  e .

Há 8 níveis de intensidade, de 0 a 7.

Display Settings			
Use Up/Down keys to adjust Backlight.			
			
Backlight:	3 >>>		
Backlight ON for:	15 minutes		
Escape		Time Increase	Time Decrease

Uma paleta de cores é exibida no centro da tela, permitindo uma fácil seleção da intensidade de luz de fundo apropriada. A opção de duração de luz de fundo protege o visor durante os períodos de espera, quando nenhuma tecla tiver sido pressionada por um determinado período de tempo.

Se a luz de fundo estiver apagada, qualquer tecla pressionada acenderá a luz novamente sem que nenhuma ação seja realizada. A faixa de tempo selecionável para a duração da luz de fundo é de 1 a 60 minutos. Para desativar o tempo de duração da luz de fundo, aumente o período até o máximo permitido, a indicação "Off" será exibida.

3.14. SOM

Opção: On ou Off

Se habilitado (on) um alerta audível soara quando a titulação estiver completa, quando uma tecla inválida é pressionada ou quando um erro crítico ocorre durante a titulação.

The screenshot shows a terminal window with the title 'Beeper'. Below the title, it says 'Select the option.'. A list box contains two options: 'Beeper Off' (highlighted) and 'Beeper On'. At the bottom of the terminal, there is a row of five buttons: 'Select', 'Escape', and three empty buttons.

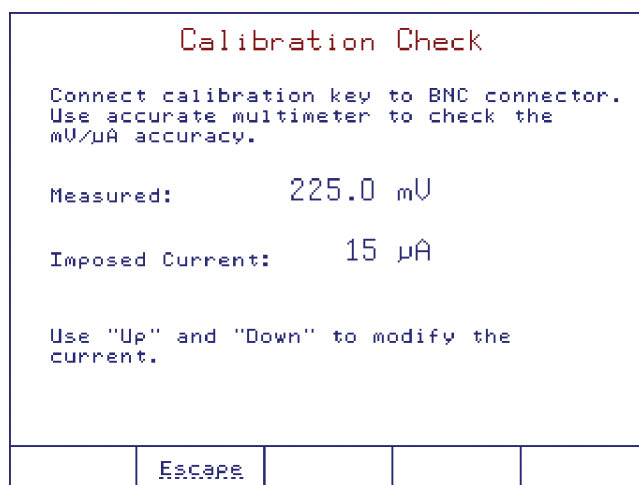
3.15. IDIOMA

Opção: Inglês, Espanhol, Português, Francês

The screenshot shows a terminal window with the title 'Set Language'. Below the title, it says 'Select the language.'. A list box contains four options: 'English' (highlighted), 'Español', 'Português', and 'Français'. At the bottom of the terminal, there is a row of five buttons: 'Select', 'Escape', and three empty buttons.

3.16. VERIFICAÇÃO DE CALIBRAÇÃO

Essa tela permite ao usuário verificar a entrada mV do eletrodo e a corrente de polarização do eletrodo.



A entrada mV e a corrente de polarização do eletrodo são medidas com a **HI900941** chave de calibração e um multímetro de mV/ μ A (não incluso).

Desconecte o eletrodo KF, então conecte a chave de calibração **HI900941** na entrada do eletrodo (conector BNC).

Verificando a entrada de mV:

Ajuste o multímetro para o modo mV.

Mude a chave de calibração para o modo mV pressionando o botão vermelho.

Conecte os plugues de banana da chave de calibração à entrada mV do multímetro.

Use as teclas \triangle e ∇ para alterar a corrente imposta (lista predefinida).

A leitura em milivolts exibida na tela do titulador deve estar dentro de 2% da leitura no multímetro.

Verificando a saída de μ A:

Ajuste o multímetro para o modo μ A.

mude a chave de calibração para o modo μ A pressionando o botão vermelho.

Conecte os plugues de banana da chave de calibração à entrada mA do multímetro.


A indicação do multímetro está de acordo com o valor μ A prescrito pelo titulador.

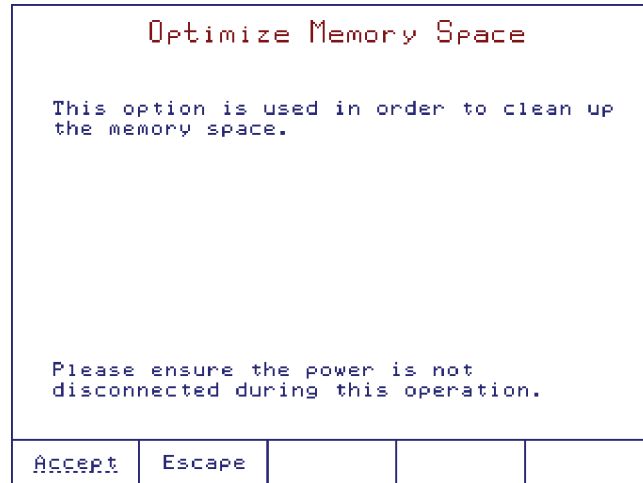
3.17. REDEFINIR AS CONFIGURAÇÕES PADRÃO

Nota: Isso excluirá todos os métodos do usuário e restaurará todas as configurações do fabricante, como configuração do titulador, parâmetros do método padrão, etc.



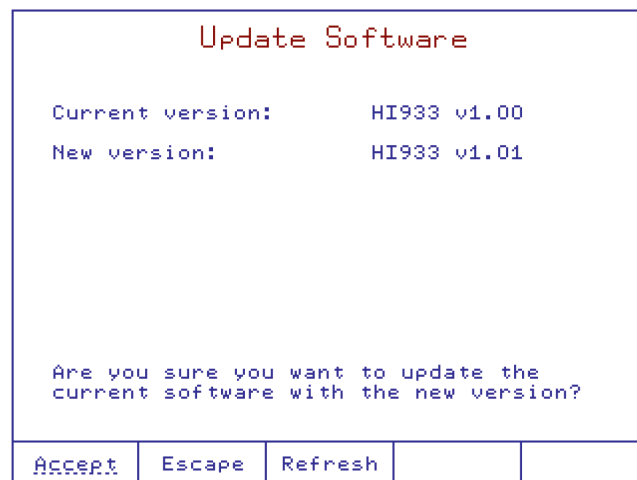
3.18. OTIMIZANDO O ESPAÇO DA MEMÓRIA

Essa tela permite que o usuário execute um utilitário de desfragmentação de memória para aumentar a velocidade do acesso à memória de armazenamento. Pressione  e reinicie o titulado. Não desconecte a fonte de energia durante esta operação.




3.19. ATUALIZAR O SOFTWARE

Esta tela permite que o usuário atualize o software do titulado a partir de um dispositivo USB contendo um kit de configuração de software.



Para atualizar o software:

- Copie a pasta "Setup933" para o dispositivo USB.
- Insira o dispositivo USB no titulado.
- Vá em **Opções Gerais**, e **Atualize o Software**. O titulado exibirá as versões atual e nova do software.
- Pressione  Quando solicitado, remova o dispositivo de armazenamento USB e reinicie o titulado.

4. MÉTODOS DE TITULAÇÃO

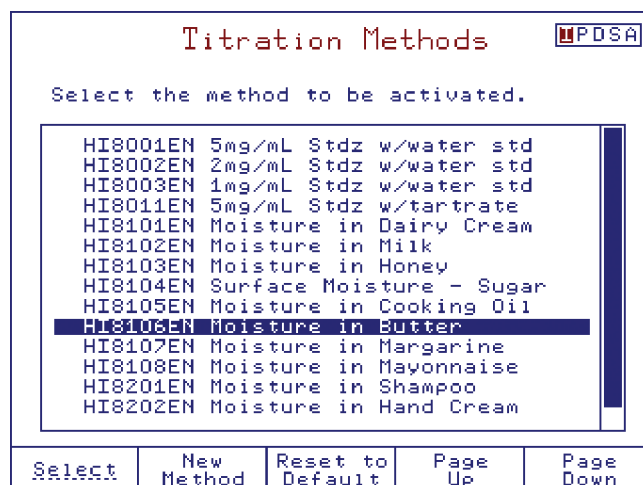
Todos os parâmetros necessários para completar uma análise são agrupados em um método.

O titulador é fornecido com um pacote de métodos padrão, esses métodos foram desenvolvidos pela Hanna Instruments e podem ser utilizados para criar métodos de usuários.


Métodos padrão e de usuário podem ser atualizados, salvos ou excluídos conectando o titulador a um PC utilizando o aplicativo **HI900** PC ou um dispositivo USB.

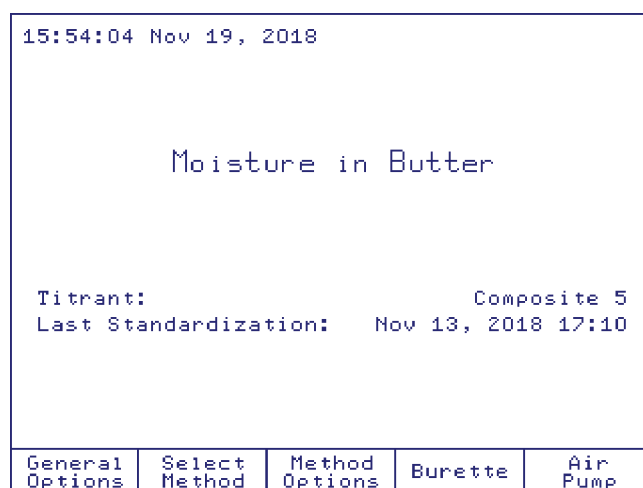
4.1. SELEÇÃO DE MÉTODOS

Para selecionar um método, pressione  na tela inicial. Uma lista dos métodos disponíveis será exibida.



Na tela de **Métodos de Titulação**, é possível visualizar a lista de todos os métodos disponíveis (padrão e do usuário, se disponível).

Para selecionar um método, destaque o método desejado e pressione . O nome do método selecionado será exibido na tela.



4.2. MÉTODOS PADRÃO

Os métodos padrão foram desenvolvidos para os tipos mais comuns de análises.










Somente parâmetros de métodos específicos podem ser modificados pelo usuário (veja a seção **Opções de Métodos**).

Além disso, os métodos padrão podem ser usados como um modelo para criar novos métodos de usuário.

4.2.1. ATUALIZAÇÃO DOS MÉTODOS PADRÃO

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

A partir do dispositivo de armazenamento USB:

- Insira o dispositivo na porta USB, localizada no lado direito do titulado.
- Pressione  na tela inicial.
- Usando as teclas  e , destaque *Restaurar Arquivos do Dispositivo USB* e pressione .
- Usando as teclas  e , para navegar pelos tipos de arquivos e encontre "standard method files". A lista com métodos padrão disponíveis no dispositivo de armazenamento será exibida.
- Pressione  ou  para atualizar o titulado com os métodos padrão.
- Pressione  para voltar à tela de **Opções Gerais**.









do PC:

Atualize o titulado com métodos padrão a partir de um computador usando o aplicativo **HI900** (veja a seção **Opções Gerais**).

4.2.2. APAGAR MÉTODOS PADRÃO

Métodos padrão não necessários podem ser removidos do titulado seguindo procedimento abaixo:

A partir da tela de Opções Gerais:

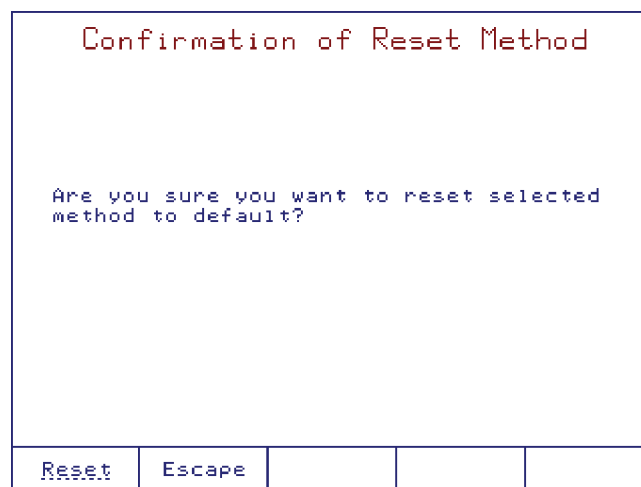
- Usando as teclas  e , destaque *Salvar Arquivos no Dispositivo USB* e pressione .
- Usando as teclas  e , para navegar pelos tipos de arquivos e encontre "standard method files". A lista com métodos padrão disponíveis no dispositivo de armazenamento será exibida.
- Pressione  ou  para remover os métodos que não são necessários.
- Pressione  para voltar à tela de **Opções Gerais**.

Do PC:

Métodos padrão não necessários podem ser removidos do titulado a partir de um computador usando o aplicativo **HI900** (veja a seção **Opções Gerais**).

4.2.3. RESTAURAR OS MÉTODOS PADRÃO PARA AS CONFIGURAÇÕES DE FÁBRICA

Restaurar os métodos padrão para as configurações de fábrica destacando um método padrão e pressionando .



4.3. MÉTODOS DO USUÁRIO

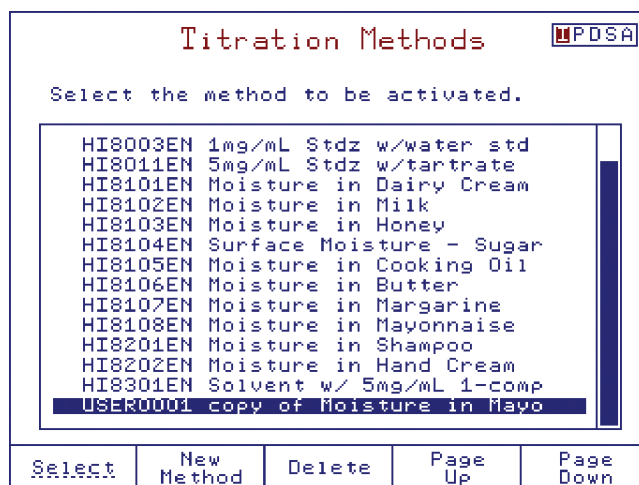
Estes métodos são definidos pelo usuário (geralmente modificando um método padrão).

Os métodos do usuário podem ser desenvolvidos de acordo com as exigências do usuário. Todos os parâmetros do método podem ser modificados pelo usuário.

4.3.1. CRIANDO MÉTODOS DO USUÁRIO

Para criar um novo método de usuário, comece a partir de um método padrão ou de usuário, e siga estes passos:

- Pressione na tela principal.
- Usando as teclas e , destaque um método existente na lista de métodos.
- Pressione . Um novo método do usuário será gerado.
- Pressione para ativar o novo método do usuário criado.



Nota: Apenas um número limitado de métodos de usuário pode ser gerado. O titulador pode conter 100 métodos (padrão e de usuário). Quando for atingido, uma mensagem de aviso será exibida.

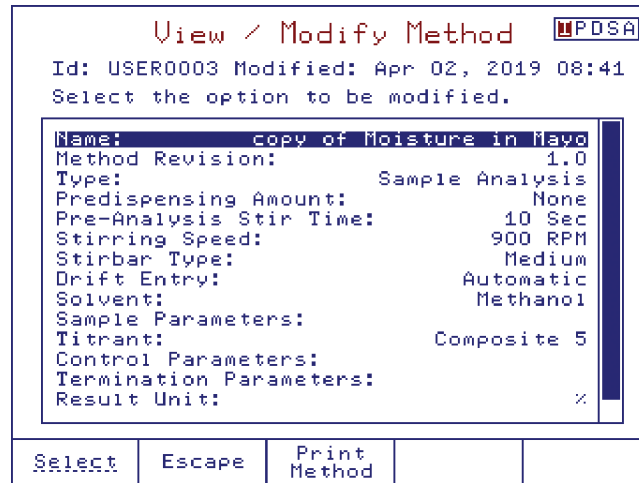
4.3.2. APAGANDO MÉTODOS DO USUÁRIO

Para apagar um método do usuário, pressione na tela inicial. Destaque o método que deseja apagar e pressione . Uma tela aparecerá, pedindo confirmação. Pressione novamente para confirmar ou pressione para cancelar a operação.



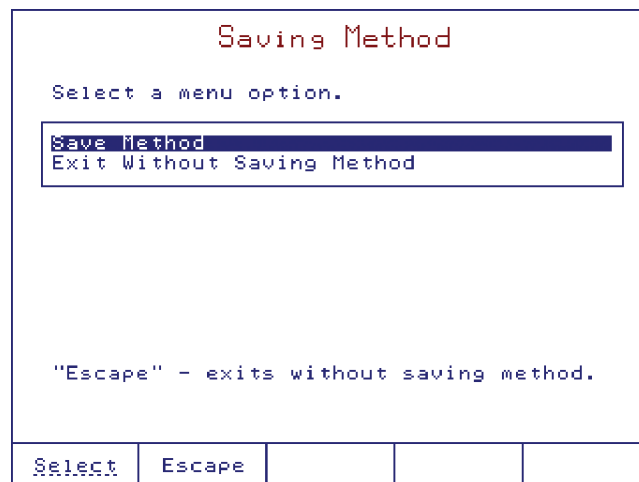
4.4. VISUALIZAR/MODIFICAR MÉTODOS

Para modificar os parâmetros do método, pressione Method Options na tela principal. Uma lista de todos os parâmetros do método selecionado será exibida. Pressione as teclas ▲ e ▼ para destacar a opção que desejada modificar e pressione Select.



Para sair da tela de **Visualizar/Modificar Métodos**, pressione Escape e destaque *Salvar Método* e pressione Select para salvar as modificações.

Pressione Escape para descartar as alterações.



4.5. OPÇÕES DE MÉTODO

Nota: Apenas algumas opções podem ser substituídas em métodos padrão.

4.5.1. NOME

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.				
<pre> 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 Ñ Ò Ó Ô Õ Ö Ü à á â ã ä å ç è é ê ë ì í î ï ð ó ô õ ö ù ú û ü ý ÿ 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % # \$. , ? ! () [] < > = + - * / \ _ ` ^ ' : </pre>				
Water in Butter				
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".				
<pre> 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 Ñ Ò Ó Ô Õ Ö Ü à á â ã ä å ç è é ê ë ì í î ï ð ó ô õ ö ù ú û ü ý ÿ 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % # \$. , ? ! () [] < > = + - * / \ _ ` ^ ' : </pre>				
1.0				
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right

4.5.3. TIPO DE MÉTODO

Opção: Análise da Amostra ou Padronização do Titulante

Method Type						
Choose the method application type.						
<table border="1"> <tr> <td>Sample Analysis</td> </tr> <tr> <td>Titrant Standardization</td> </tr> </table>					Sample Analysis	Titrant Standardization
Sample Analysis						
Titrant Standardization						
Select	Escape					

4.5.4. QUANTIDADE DE PRÉ-DISTRIBUIÇÃO

Opção: 0% a 90%

Se o teor aproximado de água for conhecido, o tempo de titulação pode ser encurtado adicionando uma grande fração do titulante no início da análise.

Predispensing Amount						
Enter the percentage of titrant volume that will be predispensed.						
<table border="1"> <tr> <td>40</td> <td>%</td> </tr> </table>					40	%
40	%					
Low Limit: 0 %						
High Limit: 90 %						
Accept	Escape	Delete Digit				

Para desabilitar essa função ajuste a quantidade de pré-distribuição para 0%.

4.5.5. TEMPO DE AGITAÇÃO PRÉ-ANÁLISE

Opção: 0 a 1000 segundos

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



Após a adição da amostra ao recipiente de reação, o titulador agitará durante o período de tempo definido antes que qualquer titulante (excluindo a pré-distribuição) seja adicionado à célula.

Pre-Analysis Stir Time				
Enter the initial mixing time prior to the start of the titration.				
10 seconds				
Low Limit: 0 seconds High Limit: 1000 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.6. 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 permanece ligado enquanto o método estiver ativo. A velocidade pode ser ajustada a qualquer momento usando as teclas  e  quando agitador estiver funcionando.

4.5.7. TIPO DE BARRA DE AGITAÇÃO

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	U	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	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í
Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý
à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì	í
î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

Medium

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

4.5.8. ENTRADA DE DERIVA

Opção: Automática ou Usuário

Drift Entry

Choose the drift entry mode.

Automatic	
User	

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

Automática: A taxa de deriva será calculada automaticamente após a pré-titulação do solvente.

Usuário: A deriva é definida para um valor fixo (inserido pelo usuário). O usuário insere o valor estimado de deriva. A etapa de análise de deriva será pulado.

User Drift Value

Enter the background drift value for final result correction.

8.0 µg/min

Low Limit: 0.0 µg/min
High Limit: 10.0 µg/min

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

4.5.9. NOME DO SOLVENTE

Opção: Até 15 caracteres

Solvent 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	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	ó	ô	õ	ü	ú	û	ü	ÿ	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

Methanol

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

4.5.10. PARÂMETROS DE AMOSTRA (APENAS MODO DE ANÁLISE DE AMOSTRA)

Esta tela permite que o usuário acesse e configure os parâmetros específicos da amostra.

Sample Parameters

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Butter
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Dissoluted Sample Size:	3.0000 g

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

4.5.10.1. DETERMINAÇÃO DE AMOSTRA

Option: Normal, Extração Externa, Dissolução Externa

Sample Determination

Select the sample determination mode.

Normal
External Extraction
External Dissolution

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

Normal: A análise é realizada através da titulação da amostra. A amostra é solúvel no solvente ou dividido ou finamente dividido com uma distribuição homogênea de água.

Extração Externa: A amostra é insolúvel no solvente 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 em um recipiente separado e, em seguida, uma pequena quantidade do solvente é titulada.

Veja a seção **Otimização** para maiores detalhes.

4.5.10.1.1. NORMAL

Sample Parameters				
Select the option to be modified.				
Sample Determ.:	Normal			
Sample Name:	Mayonnaise			
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.													
␣	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	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í
	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý
	à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì	í
	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
	.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
	*	/	\	_	~	^	'	:					
Mayonnaise													
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right									

Tipo da Amostra

Opção: Massa, Volume ou Pedacos

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

Tamanho da Amostra

Opção: 0.0010 a 100.0000 g, 0.0010 a 100.0000 mL, 1 a 100 unid.

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>0.7500</td> <td>g</td> </tr> </table>					0.7500	g
0.7500	g					
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g						
Accept	Escape	Delete Digit				

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>1</td> <td>pcs</td> </tr> </table>					1	pcs
1	pcs					
Low Limit: 1 pcs High Limit: 100 pcs						
Accept	Escape	Delete Digit				

Densidade da Amostra (apenas por volume)

Opção: 0.200 a 3.000 g/mL

Sample Density				
Enter the value of sample density.				
1.000 g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL High Limit: 3.000 g/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.10.1.2. EXTRAÇÃO EXTERNA

Sample Parameters																
Select the option to be modified.																
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Sample Determ.:</td> <td>External Extraction</td> </tr> <tr> <td>Sample Name:</td> <td>Mayonnaise</td> </tr> <tr> <td>Sample Size:</td> <td>0.7500 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Size:</td> <td>40.0000 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Conc.:</td> <td>0.0100 %</td> </tr> <tr> <td>Extracted Sample Size:</td> <td>1.0000 g</td> </tr> </tbody> </table>					Sample Determ.:	External Extraction	Sample Name:	Mayonnaise	Sample Size:	0.7500 g	External Solvent Size:	40.0000 g	External Solvent Conc.:	0.0100 %	Extracted Sample Size:	1.0000 g
Sample Determ.:	External Extraction															
Sample Name:	Mayonnaise															
Sample Size:	0.7500 g															
External Solvent Size:	40.0000 g															
External Solvent Conc.:	0.0100 %															
Extracted Sample Size:	1.0000 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="0"> <tbody> <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>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>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>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>À</td><td>Á</td><td>Â</td><td>Ã</td><td>Ä</td><td>Å</td><td>Æ</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><td>Ð</td><td>Ó</td><td>Ô</td><td>Õ</td><td>Ö</td><td>Ù</td><td>Ú</td><td>Û</td><td>Ü</td><td>Ý</td><td>Þ</td><td>ß</td><td>à</td><td>á</td><td>â</td><td>ã</td><td>ä</td><td>å</td><td>æ</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><td>ð</td><td>ó</td><td>ô</td><td>õ</td><td>ö</td><td>ù</td><td>ú</td><td>û</td><td>ü</td><td>ý</td><td>þ</td><td>ÿ</td> </tr> <tr> <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>></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></td><td></td><td></td><td></td> </tr> </tbody> </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	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï	Ð	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý	Þ	ß	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë	ì	í	î	ï	ð	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý	þ	ÿ	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-	*	/	\	_	^	'	:						
␣	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	Ð	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý	Þ	ß	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë	ì	í	î	ï	ð	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý	þ	ÿ																																																																																																
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$																																																																																																																																											
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-																																																																																																																																											
*	/	\	_	^	'	:																																																																																																																																																	
Mayonnaise																																																																																																																																																							
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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">0.7500</div> 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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">40.0000</div> 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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">0.0100</div> %				
Low Limit: 0.0100 % High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Tamanho da Amostra Extraída

Opção: 0.0010 a 100.0000 g

Extracted Sample Size				
Enter the extracted sample size used to prepare the supernatant.				
1.00000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.10.1.3. DISSOLUÇÃO EXTERNA

Sample Parameters																
Select the option to be modified.																
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Sample Determ.:</td> <td>External Dissolution</td> </tr> <tr> <td>Sample Name:</td> <td>Mayonnaise</td> </tr> <tr> <td>Sample Size:</td> <td>0.7500 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Size:</td> <td>40.0000 g</td> </tr> <tr> <td>External Solvent Conc.:</td> <td>0.0100 %</td> </tr> <tr> <td>Dissolved Sample Size:</td> <td>1.0000 g</td> </tr> </tbody> </table>					Sample Determ.:	External Dissolution	Sample Name:	Mayonnaise	Sample Size:	0.7500 g	External Solvent Size:	40.0000 g	External Solvent Conc.:	0.0100 %	Dissolved Sample Size:	1.0000 g
Sample Determ.:	External Dissolution															
Sample Name:	Mayonnaise															
Sample Size:	0.7500 g															
External Solvent Size:	40.0000 g															
External Solvent Conc.:	0.0100 %															
Dissolved Sample Size:	1.0000 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"> <tbody> <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>Ä</td> <td>Å</td> <td>Ç</td> <td>È</td> <td>É</td> <td>Ê</td> <td>Ë</td> <td>Ì</td> <td>Í</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Î</td> <td>Ï</td> <td>Ñ</td> <td>Ò</td> <td>Ó</td> <td>Ô</td> <td>Õ</td> <td>Ö</td> <td>Ù</td> <td>Ú</td> <td>Û</td> <td>Ü</td> <td>Ý</td> </tr> <tr> <td></td> <td>à</td> <td>á</td> <td>â</td> <td>ã</td> <td>ä</td> <td>å</td> <td>ç</td> <td>è</td> <td>é</td> <td>ê</td> <td>ë</td> <td>ì</td> <td>í</td> </tr> <tr> <td></td> <td>î</td> <td>ï</td> <td>ñ</td> <td>ò</td> <td>ó</td> <td>ô</td> <td>õ</td> <td>ö</td> <td>ù</td> <td>ú</td> <td>û</td> <td>ü</td> <td>ý</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><</td> <td>></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></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </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	Ä	Å	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í		Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý		à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì	í		î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-		*	/	\	_	^	'	:						
␣	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	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í																																																																																																																																																
	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý																																																																																																																																																
	à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì	í																																																																																																																																																
	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý																																																																																																																																																
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$																																																																																																																																																
	.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-																																																																																																																																																
	*	/	\	_	^	'	:																																																																																																																																																						
Mayonnaise																																																																																																																																																													
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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">0.7500</div> 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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">40.0000</div> 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.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px;">0.0100</div> %				
Low Limit: 0.0100 % High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Tamanho 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		

4.5.11. PADRÃO (APENAS MODO DE PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE)

Esta tela permite ao usuário criar uma base de dados com padrões e personalizar parâmetros relacionados.

Usando as teclas \triangle e ∇ , destaque o padrão da lista existente e pressione para escolhê-lo.

Standard Database														
Select the KF standard to be modified.														
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">KF Standard</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Liquid 10 mg/g</td> <td><input type="button" value="Select"/></td> </tr> <tr> <td>Liquid 1.0 mg/g</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Liquid 0.1 mg/g</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Sodium Tartrate</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>					KF Standard		Liquid 10 mg/g	<input type="button" value="Select"/>	Liquid 1.0 mg/g		Liquid 0.1 mg/g		Sodium Tartrate	
KF Standard														
Liquid 10 mg/g	<input type="button" value="Select"/>													
Liquid 1.0 mg/g														
Liquid 0.1 mg/g														
Sodium Tartrate														
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Water Content:</td> <td>10.0000</td> </tr> <tr> <td>Concentration Unit:</td> <td>mg/g</td> </tr> <tr> <td>Type:</td> <td>Liquid by mass</td> </tr> <tr> <td>Standard Density:</td> <td>1.000 g/mL</td> </tr> </tbody> </table>					Water Content:	10.0000	Concentration Unit:	mg/g	Type:	Liquid by mass	Standard Density:	1.000 g/mL		
Water Content:	10.0000													
Concentration Unit:	mg/g													
Type:	Liquid by mass													
Standard Density:	1.000 g/mL													
Select	Escape	Edit	New Standard	Delete										

Pressione para usar o padrão selecionado para a padronização do titulador.

Pressione para retornar a tela de Visualizar/Modificar os Métodos.

Pressione para editar os parâmetros do padrão Karl Fischer.

Pressione para criar e adicionar um novo padrão a base de dados Karl Fischer.

Pressione para remover um padrão Karl Fischer da lista pré-definida.

Os Métodos Padrão da Hanna (somente padronizações de titulante) são desenvolvidos para serem usados com padrões específicos. O HI933 selecionará automaticamente um padrão apropriado quando tal método for selecionado. Se não houver um padrão utilizável no banco de dados, será criado um novo padrão.

KF Standard Options

Select the option to be modified.

Name:	Liquid 10 mg/g
Type:	Liquid by mass
Concentration Unit:	mg/g
Water Content:	10.0000

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

4.5.11.1. NOME DO PADRÃO

Opção: Até 15 caracteres

Standard 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	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý
à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë	ì
í	î	ï	ñ	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

█ Liquid 10 mg/g █

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

4.5.11.2. TIPO DE PADRÃO

Opção: Sólido por massa, Líquido por massa ou Líquido por volume

Standard Type

Select the Karl Fischer standard type.

Solid by mass
Liquid by mass
Liquid by volume

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

4.5.11.3. UNIDADE DE CONCENTRAÇÃO

Opção: %[W/W], ppm, mg/g ou mg/mL

Standard Concentration Unit								
Select the standard concentration unit.								
<table border="1"> <tr> <td>%[W/W]</td> </tr> <tr> <td>ppm</td> </tr> <tr> <td>mg/g</td> </tr> <tr> <td>mg/mL</td> </tr> </table>					%[W/W]	ppm	mg/g	mg/mL
%[W/W]								
ppm								
mg/g								
mg/mL								
Select	Escape							

4.5.11.4. TEOR DE ÁGUA

Opção: 0.0100 a 1000.0000 mg/g

Standard Concentration						
Enter the standard concentration.						
<table border="1"> <tr> <td>10.0000</td> <td>mg/g</td> </tr> </table>					10.0000	mg/g
10.0000	mg/g					
Low Limit: 0.0100 mg/g						
High Limit: 1000.0000 mg/g						
Accept	Escape	Delete Digit				

4.5.11.5. TAMANHO DO PADRÃO

Opção: 0.0010 a 50.0000 g

Utilize o teclado numérico para definir o tamanho (g ou mL) para ser utilizado na padronização.

Quando uma nova padronização é iniciada e o titulador solicitará a massa ou volume exato. O valor padrão pode ser adquirido automaticamente de uma balança compatível quando essa função for habilitada.

Standard Size				
Enter the value for standard size.				
0.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 50.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.11.6. DENSIDADE DO PADRÃO (APENAS LÍQUIDO POR VOLUME)

Opção: 0.200 a 3.000 g/mL

Standard Density				
Enter the value of standard density.				
1.000 g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL				
High Limit: 3.000 g/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.12. TITULANTE

O usuário pode acessar o banco de dados de titulantes Karl Fischer e personalizar os parâmetros relacionados. Usando as teclas \triangleup e \triangledown , destaque o titulante da lista existente e pressione Select para escolhê-lo.

Titrant Database				
Select the KF titrant to be modified.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Composite 5 Composite 2 Composite 1 </div>				
Titrant Type: One-comp. (Ketone/Aldehyde) Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL Standardized Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL Date/Time: Nov 13, 2018 17:10 Titrant Age Reminder: Disabled				
Select	Escape	Edit	New Titrant	Delete

Pressione Select para usar o titulante selecionado para padronização do titulante.

Pressione Escape para voltar a tela de **Visualizar/Modificar Métodos**.

Pressione Edit para editar os parâmetros do titulante.

Pressione New
Titrant para criar um novo titulante.

Pressione Delete para remover o titulante da base de dados.

KF Titrant Options				
Select the option to be modified.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Titrant Name: Composite 5 Titrant Type: One-comp. (Ketone/Aldehyde) Nominal Titrant Conc. 5.0000 mg/mL Standardized Titrant Conc. 5.0000 mg/mL Titrant Age Reminder: Disabled </div>				
Select	Escape			

Os Métodos Padrão da Hanna são projetados para serem usados com titulantes de tipos e concentrações específicos. O **HI933** selecionará automaticamente um titulante apropriado quando tal método for selecionado. Se não houver um titulante utilizável no banco de dados, será criado um novo.

4.5.12.1. NOME DO TITULANTE

Opção: até 15 caracteres

Titrant 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	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	ü	ú	û	ü	ÿ
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
	*	/	\	_	~	^	.	:	<	>	=	+	-

Composite 5

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

4.5.12.2. TIPO DE TITULANTE

Opções: Um componente, Um componente (Cetona/Aldeído), Dois componentes (Metanol), Dois componentes (Etanol) ou Outros

Titrant Type

Select the Karl Fischer titrant type.

One-component
One-comp. (Ketone/Aldehyde)
Two-components, Methanol
Two-components, Ethanol
Others

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

4.5.12.3. CONCENTRAÇÃO NOMINAL DE TITULANTE

Opção: 0.0010 a 20.0000 mg/mL

Nominal Titrant Conc.

Enter the nominal titrant concentration.

5.0000 mg/mL

Low Limit: 0.0010 mg/mL
High Limit: 20.0000 mg/mL

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

4.5.12.4. CONCENTRAÇÃO DE TITULANTES PADRONIZADOS

Standardized Titrant Conc.				
Enter the standardized titrant conc.				
5.0000 mg/mL				
Low Limit: 4.0000 mg/mL				
High Limit: 6.0000 mg/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.12.5. LEMBRETE DE IDADE DO TITULANTE

Opção: Desligado, 0 a 31 dias

Um lembrete programável irá aparecer quando for necessário verificar a concentração ou trocar o titulante.

Titrant Age Reminder				
Enter the time allowed to elapse before the standardization reminder appears.				
days	hours	minutes		
2	00	00		
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

4.5.13. PARÂMETROS DE CONTROLE

O usuário pode acessar e editar os parâmetros relacionados a titulação.

Control Parameters				
Select the option to be modified.				
Start Mode:	Normal			
Imposed Current:	20 µA			
Dosing Parameters:				
Max Dosing Mode:	Disabled			
Timed Increment:	1 second			
End Point Value:	180.0 mV			
Signal Averaging:	3 Readings			
Flow Rate:	10.0 mL/min			
Select	Escape			

4.5.13.1. MODO DE ÍNICIO

Opção: Cuidado ou Normal

Start Mode

Select the KF titration start mode.

Cautious
Normal

Select Escape

Cuidado: O titulante começa com a dose mínima, a fim de evitar a sobretitulação.

Normal: No modo Normal, a dosagem de titulante começa com o valor mediano entre a dose mínima e máxima (ou seja, dose mínima 5 μL , dose máxima 25 μL , a primeira dose será 15 μL).

4.5.13.2. CORRENTE IMPOSTA

Opção: 1 μA , 2 μA , 5 μA , 10 μA , 15 μA , 20 μA , 30 μA , ou 40 μA Utilize as teclas \triangle e ∇ para selecionar a corrente de polarização do eletrodo da lista pré definida.

Imposed Current

Choose the imposed current value in uA.

1 uA
2 uA
5 uA
10 uA
15 uA
20 uA
30 uA
40 uA

Select Escape

Nota: Correntes de polarização mais altas irão acelerar a contaminação do eletrodo e potencialmente degradar amostras.

4.5.13.3. PARÂMETROS DE DOSAGEM

Opção: 0.125 a 4000 μL

Dosing Parameters				
Enter the minimum and maximum dose.				
0.500 μL - min Vol				
40.000 μL - max Vol				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

4.5.13.4. MODO DE DOSAGEM MÁXIMA

Opção: Desabilitado ou Habilitado

Quando habilitado, o titulador usará um algoritmo de dosagem que garante uma titulação mais rápida mudando o modo de dosagem se a mV estiver longe do ponto final.

O algoritmo irá utilizar a dosagem máxima se a diferença entre o valor da mV e o ponto final for maior que 150 mV.

Desabilite essa opção se uma exatidão maior for desejada.

Max Dosing Mode				
Select the option for max dosing mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Disabled Enabled </div>				
Select	Escape			

4.5.13.5. INCREMENTO PROGRAMADO

Utilize as setas \triangle e ∇ para inserir o período de tempo entre duas doses sucessivas.

Timed Increment				
Choose the period for wait time up to the next dose dispensing.				
0.5 seconds				
1 second				
2 seconds				
3 seconds				
4 seconds				
5 seconds				
Select	Escape			

4.5.13.6. VALOR DO PONTO FINAL

Opção: 5.0 a 600.0 mV

Utilize o teclado numérico para inserir o valor de mV em que o ponto de equivalência da titulação (ponto final) for alcançado.

Esse 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.				
180.0 mV				
Low Limit: 5.0 mV				
High Limit: 600.0 mV				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.13.7. MÉDIA DO SINAL

Opção: 1 a 10 leituras

O titulador colocará a última leitura em uma “janela móvel” junto com as últimas 2, 3 etc. leituras (dependendo da opção selecionada). A média dessas leituras é exibida e utilizada para cálculos. Fazer as médias das leituras ajuda quando um sinal ruidoso é recebido do eletrodo.

Se 1 leitura for selecionada essa opção é desabilitada.

Signal Averaging														
Select the number of readings to be averaged.														
<table border="1"> <tbody> <tr><td>1 Reading</td></tr> <tr><td>2 Readings</td></tr> <tr><td>3 Readings</td></tr> <tr><td>4 Readings</td></tr> <tr><td>5 Readings</td></tr> <tr><td>6 Readings</td></tr> <tr><td>7 Readings</td></tr> <tr><td>8 Readings</td></tr> <tr><td>9 Readings</td></tr> <tr><td>10 Readings</td></tr> </tbody> </table>					1 Reading	2 Readings	3 Readings	4 Readings	5 Readings	6 Readings	7 Readings	8 Readings	9 Readings	10 Readings
1 Reading														
2 Readings														
3 Readings														
4 Readings														
5 Readings														
6 Readings														
7 Readings														
8 Readings														
9 Readings														
10 Readings														
Select	Escape													

4.5.13.8. TAXA DE FLUXO

Opção: 0.3 a 10.0 mL/min (para bureta de 5 mL)

Flow Rate									
Enter the titrant flow rate.									
<table border="1"> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>5.0 mL/min</td> </tr> </tbody> </table>									5.0 mL/min
				5.0 mL/min					
Low Limit: 0.3 mL/min									
High Limit: 10.0 mL/min									
Accept	Escape	Delete Digit							

Nota: O titulador detectará automaticamente o tamanho da bureta e exibirá o limite alto correto de volume. A taxa de fluxo é definida para todas as operações de bureta.

4.5.14. CRITÉRIOS DE TERMINAÇÃO

Esta tela permite que o usuário defina o critério de término da titulação.

Termination Parameters												
Select the option to be modified.												
<table border="1"> <tr> <td>Maximum Duration:</td> <td>1200 sec</td> </tr> <tr> <td>Maximum Titrant Volume:</td> <td>10.000 mL</td> </tr> <tr> <td>Termination Criterion:</td> <td>Relative Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift:</td> <td>7.0 µg/min</td> </tr> </table>					Maximum Duration:	1200 sec	Maximum Titrant Volume:	10.000 mL	Termination Criterion:	Relative Drift	Relative Drift:	7.0 µg/min
Maximum Duration:	1200 sec											
Maximum Titrant Volume:	10.000 mL											
Termination Criterion:	Relative Drift											
Relative Drift:	7.0 µg/min											
Select	Escape											

4.5.14.1. DURAÇÃO MÁXIMA

Opção: 10 a 3600 segundos

Se o ponto final da titulação não for atingido, a titulação será encerrada após a duração máxima. A mensagem de erro "Valor Fora da Faixa" irá aparecer na tela.

Maximum Duration				
Enter the time period after the titration is automatically stopped.				
<p style="text-align: center;">1200 seconds</p>				
Low Limit: 10 seconds High Limit: 3600 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.2. VOLUME MÁXIMO DE TITULANTE

Opção: 0.100 a 50.000 mL

O volume máximo de titulante utilizado na titulação deve ser definido de acordo com a análise. Se o ponto final da titulação não for alcançado, a titulação será encerrada após a distribuição do volume máximo de titulante. A mensagem de erro ("Limits Exceeded") aparecerá na tela.

Maximum Titrant Volume				
Enter the maximum titrant volume to be dispensed.				
10.0000 mL				
Low Limit: 0.100 mL High Limit: 50.000 mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.3. CRITÉRIO DE TERMINAÇÃO

Opção: mV do Ponto Final, Deriva Absoluta ou 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						

mV do Ponto Final

A titulação é finalizada quando o potencial permanece abaixo de um valor definido por um período de tempo específico.

Deriva Absoluta

A titulação é finalizada quando a deriva real é menor do que o valor de deriva relativa pré-definida.

Deriva Relativa

A titulação é finalizada quando a deriva real é menor do que a soma entre a deriva inicial e a deriva relativa pré-definida.

4.5.14.4. TEMPO DE ESTABILIDADE DO PONTO FINAL

Opção: 1 a 30 segundos

O potencial deve permanecer abaixo do valor de ponto final definido por um período de tempo específico.

End Point Stability Time				
Enter the time period necessary to validate the titration end point.				
4 seconds				
Low Limit: 1 seconds High Limit: 30 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.5. 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		

4.5.14.6. DERIVA RELATIVA


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

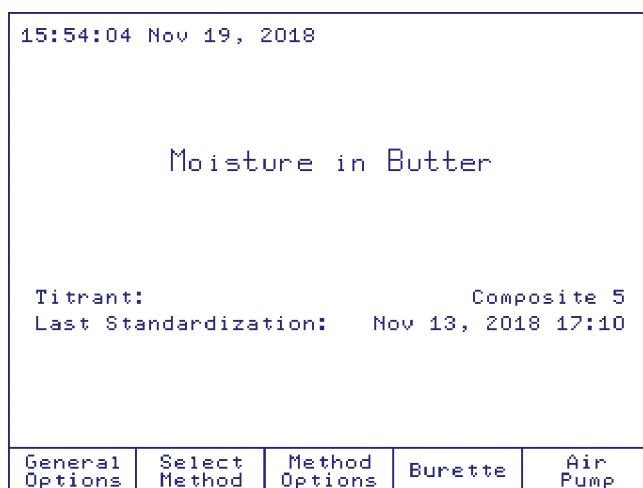
Relative Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

5. MODO DE TITULAÇÃO

5.1. TELA PRINCIPAL

O titulador entra em modo de tela principal pela primeira vez quando é ligado. Todas as características do software do **HI933** podem ser acessados a partir do estado de tela principal. Isto inclui todos os parâmetros do método ajustáveis pelo usuário, sistema de manuseio de solventes, transferências de arquivos, verificações de calibração, atualizações de software, opções de interface com PC e acessórios, bem como opções de bureta.

Para acessar o menu de titulação (*tela de Processo*) pressione .



A titulação (análise de amostras ou padronização de titulantes) é realizada com o método selecionado. Certifique-se de que o método selecionado seja personalizado de acordo com as especificidades da aplicação.

Antes de realizar uma titulação, certifique-se de que as seguintes condições sejam atendidas:

- Todos os sistemas conectados (por exemplo: sistema de solvente) estão devidamente montados.
- A quantidade correta de solvente está presente no béquer (entre as marcas min e max) para melhor reprodutibilidade.

Os seguintes estágios intermediários são executados automaticamente antes de iniciar a análise:

- **Pré-titulação do solvente**
- **Análise de deriva** (somente **Entrada Automática de Deriva**)

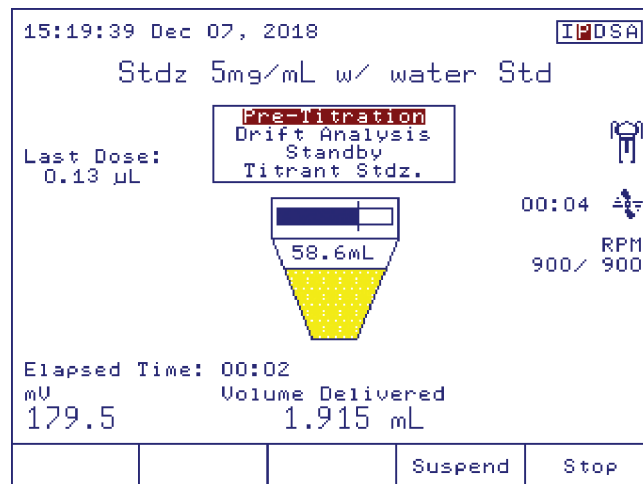
Quando o processo de análise de deriva é concluído, o titulador entra em modo **Tela Principal**. Neste ponto, uma titulação pode ser iniciada.

5.2. PRÉ-TITULAÇÃO

Na pré-titulação, a água residual na superfície interna do vaso de titulação, a água contida no ar preso e a pequena quantidade de água do solvente são eliminadas.

O HI933 reage a água residual adicionando o titulante até que o potencial do ponto final especificado seja alcançado. Esta configuração está associada com o método selecionado. Após o potencial do eletrodo ter estabilizado, o titulador passa para a Etapa de Determinação da Taxa de Deriva.

Quando a pré-titulação é iniciada, o agitador é ligado automaticamente e o usuário não pode trocar o método selecionado ou acessar os parâmetros do método.



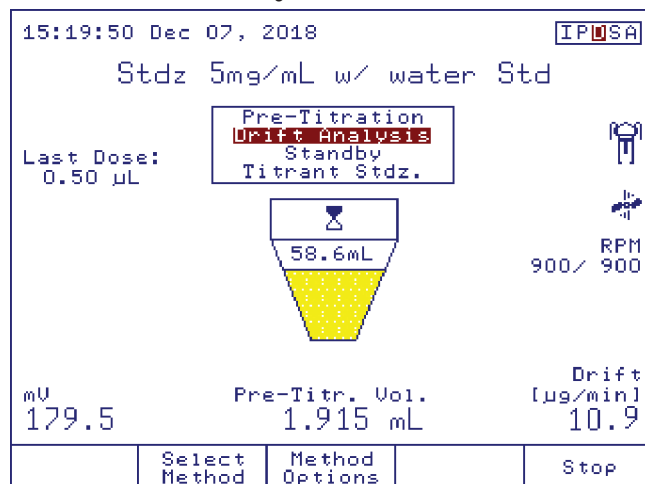
Nota: Se a pré-titulação durar mais de 30 minutos, o titulador muda para o modo inativo. Podem ter ocorrido erros em seu sistema de titulação (bêquer não está devidamente selado, titulante errado ou ausente, eletrodo desconectado ou defeituoso, etc.). Verifique o sistema e inicie a pré-titulação novamente.

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

Neste modo o HI933 realiza uma análise de um minuto que determina a quantidade de umidade que vaza para a célula a partir da atmosfera. Apesar de o recipiente de titulação estar bem vedado, a água ainda infiltrará na célula. A quantidade de água que migra para a célula por unidade de tempo é conhecida como a taxa de deriva de fundo, ou a taxa de deriva.

A taxa de deriva é determinada pelo acompanhamento do número de doses muito pequenas e sucessivas de titulante necessárias para manter a "secura" do solvente ao longo de um minuto. A taxa de vazamento de água para a célula é então calculada e informada pelo HI933 em unidades de $\mu\text{g}/\text{min}$.

O **HI933** irá subtrair automaticamente a taxa de deriva dos resultados da titulação. Isto é especialmente importante para a precisão da titulação ao analisar amostras com teor muito baixo de água onde a quantidade de água que vazou para a célula é uma fração considerável do total de água titulada durante a análise.



Quando a deriva se torna estável, o titulador muda para o modo **Standby**.

Durante a análise de deriva, se o titulador não conseguir manter a secura da célula, o titulador reverte para a pré titulação.

Nota: Se o modo de entrada de deriva for definido como *Manual*, a etapa de análise de deriva é pulada.

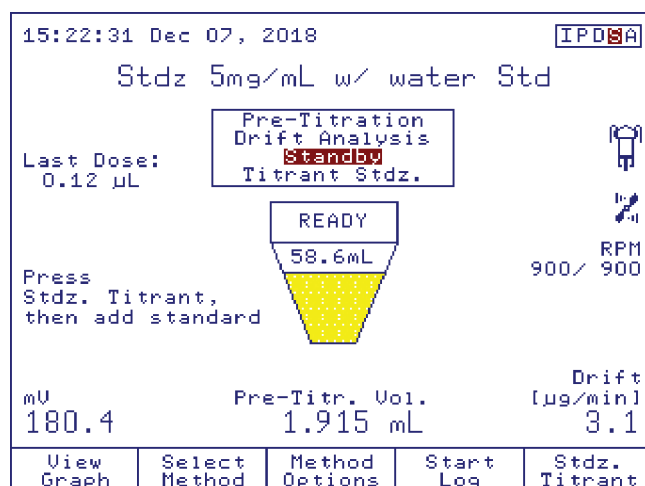
5.4. STANDBY

Após a taxa de deriva ter sido determinada, o **HI933** passa para o modo Standby. Neste modo, a secura da célula de titulação é mantida e a taxa de deriva é continuamente monitorada e atualizada.

No modo **Standby** uma análise de amostra, padronização de titulação ou sessão de registro da taxa de deriva pode ser iniciada, bem como a seleção do método, personalização dos parâmetros do método e opções gerais (somente teclado externo, pressionando <<Home>>).

Após uma configuração inicial do titulador e antes da primeira titulação ou padronização, a taxa de deriva deve ser deixada no modo de **Espera** por 45 min. Isto assegura que a taxa de deriva seja estável e reflita a taxa real em que o vapor de água está entrando na célula em vez de representar uma secagem lenta do ar entre o solvente e o topo da célula. A estabilização pode ser verificada examinando a taxa de deriva vs. curva de tempo que só pode ser acessada a partir do modo de espera.

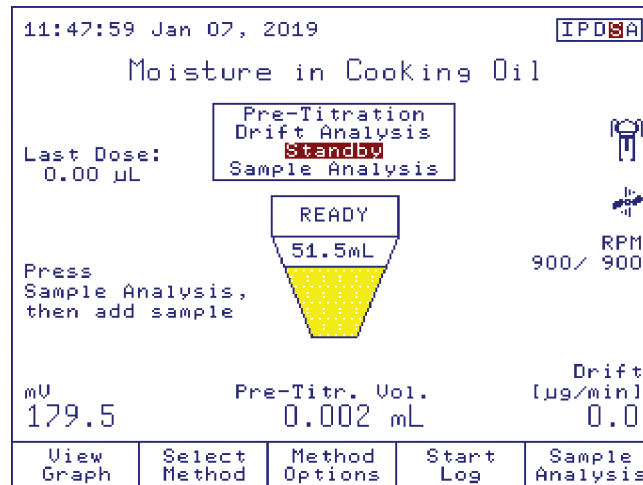
Durante o modo de espera, se a deriva se tornar instável, o titulador volta ao modo de análise de deriva.



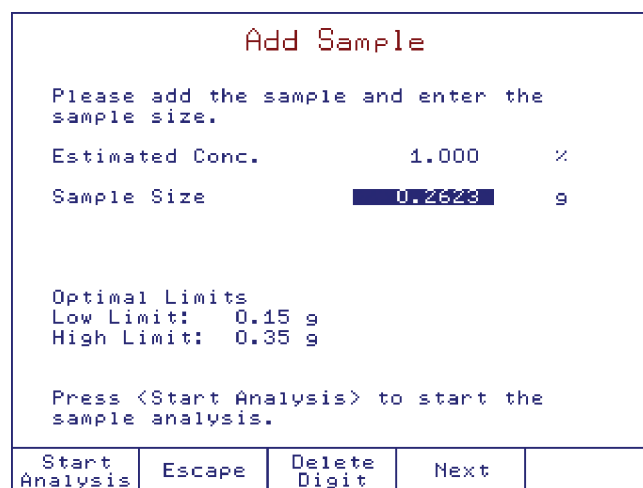
5.5. ANÁLISE DE AMOSTRA

Enquanto estiver no modo de **Espera**, pressione Sample Analysis.

Nota: Se o valor de deriva for zero, aparecerá uma mensagem de aviso para informar ao usuário que o solvente pode estar sobretitulado.



Opte por continuar a titulação pressionando Continue ou retorne ao modo de Espera pressionando Escape a fim de esperar até que a deriva se estabilize em um valor mais alto.



Se necessário, atualize a concentração estimada. O valor é usado para determinar o volume da pré-titulação. Os limites ideais serão atualizados baseados nesse valor.

Siga os passos abaixo para adicionar a amostra no recipiente de titulação e determinar o tamanho da amostra.

5.5.1. TAMANHO DA AMOSTRA

5.5.1.1. ENTRADA MANUAL

5.5.1.1.1. TAMANHO DA AMOSTRA POR MASSA

- 1) Meça a massa da amostra em um prato de pesagem ou em uma seringa.
- 2) Deslize a tampa da amostra para fora do topo do recipiente para abrir a porta da amostra, ou insira a agulha da seringa através do septo.
- 3) Adicione rapidamente a amostra através da porta de amostras ou pelo septo. Tome cuidado para que a amostra não entre em contato com o eletrodo ou com as paredes do béquer.
- 4) Recoloque a tampa da amostra na tampa de célula, ou remova a seringa do septo.

- 5) Determine a massa do prato de pesagem ou seringa “vazia”.
- 6) Calcule a massa da amostra adicionada (subtraia a massa do prato de pesagem vazio ou da seringa vazia da massa do prato de pesagem cheio ou da seringa cheia).
- 7) Insira a massa calculada da amostra.

5.5.1.1.2. TAMANHO DA AMOSTRA POR VOLUME

- 1) Coloque uma agulha longa (aproximadamente 6 cm para melhor controle) a uma seringa de volume de precisão suficientemente grande para segurar pelo menos um volume de amostra completo.
- 2) Enxágue a seringa e a agulha com a amostra várias vezes, retirando uma pequena porção da amostra, estendendo completamente o êmbolo, agitando para revestir o interior da seringa e expulsando a amostra para um recipiente de coleta de resíduos.
- 3) Puxe amostra suficiente para dentro da seringa para pelo menos uma titulação.
- 4) Seque a parte externa da agulha com um pano ou tecido sem fiapos.
- 5) Insira a agulha através do septo na porta da amostra. Empurre a seringa através do septo até que o final da agulha esteja a aproximadamente 1 cm da superfície do solvente.
- 6) Distribua firmemente o volume apropriado de amostra, assegurando que a amostra seja introduzida diretamente no solvente e não espirre na parede do recipiente de titulação, eletrodo ou ponta dispensadora.
- 7) Puxe uma pequena quantidade de ar de dentro da célula para dentro da seringa para garantir que não permaneçam gotas de amostra na ponta da agulha.
- 8) Retire a seringa e a agulha do septo tomando cuidado para não tocar a agulha no solvente ou em outros componentes internos da célula.
- 9) Insira o volume da amostra.

5.5.1.1.3. TAMANHO DA AMOSTRA POR PEÇAS

- 1) Retire o plug da amostra do topo do béquer para abrir a porta de amostra.
- 2) Use uma mão enluvada, pinças ou um barco de pesagem para adicionar o número apropriado de peças ao recipiente de titulação.
- 3) Recoloque o plug da amostra.
- 4) Insira o número de peças adicionadas no recipiente de titulação.

5.5.1.2. AQUISIÇÃO AUTOMÁTICA DE MASSA A PARTIR DA BALANÇA ANALÍTICA (APENAS VOLUME DE AMOSTRA POR MASSA)

O tamanho da amostra pode ser adquirido automaticamente da balança quando conectado ao titulador utilizando a interface RS232.

Sample Weighing				
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 ou o prato de pesagem contendo a amostra na balança.
- 2) Aguarde até que a leitura estabilize e pressione .
- 3) Adicione a amostra no recipiente do titulador.
- 4) Coloque a seringa ou o prato de pesagem vazio na balança novamente.

Sample Weighing				
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	

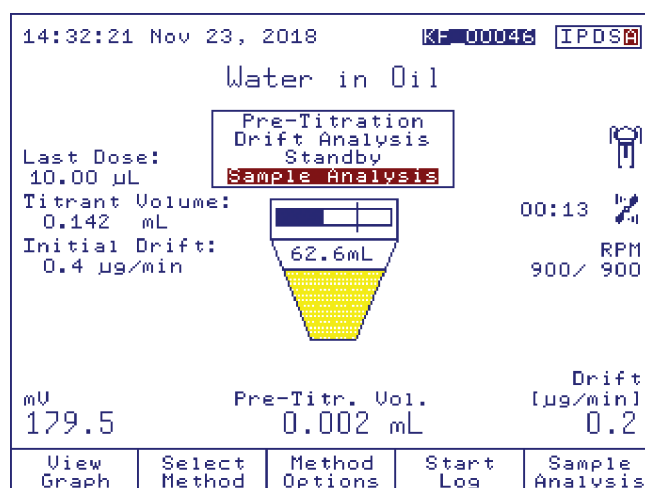
- 5) Aguarde até que a leitura estabilize e pressione .
- O titulador volta para a tela anterior e o tamanho da amostra é atualizado automaticamente.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc. 1.000 x				
Sample Size <input type="text" value="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	

Pressione para iniciar a análise.

Nota: O usuário deve garantir que a balança e o titulador estão configurados corretamente e a função de balança está habilitada (veja a interface de *Setup da Balança*).

5.5.3. ANÁLISE DA AMOSTRA



Pressione  para interromper a titulação manualmente e retornar ao modo de espera.


Pressione  para interromper a titulação e retornar ao modo **Standby**.

5.5.4. PARAR TITULAÇÃO

Enquanto a titulação estiver em andamento, você pode interrompê-la temporariamente pressionando . A bureta deixará de dispensar o titulante.

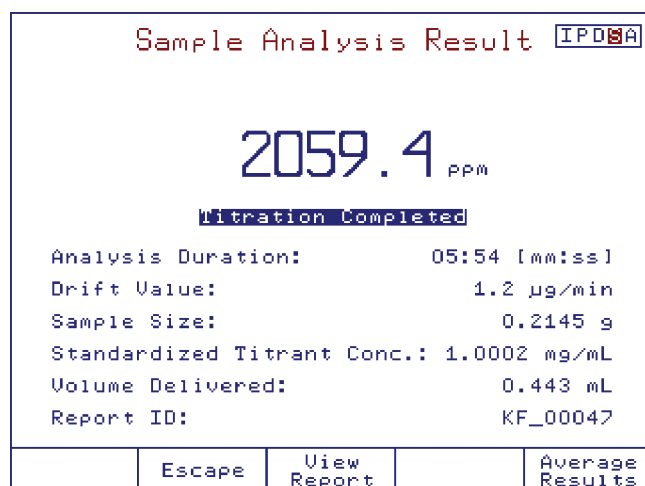
Para continuar a titulação, pressione .

5.5.5. VISUALIZANDO A CURVA DE TITULAÇÃO

Durante uma titulação, a curva de titulação pode ser exibida na tela do **Gráfico de Titulação**, pressionando . O ID do relatório da titulação também é exibido dentro da janela do gráfico.

5.5.6. RESULTADOS

Quando o ponto final é alcançado, a titulação é terminada e a tela a seguir é exibida.



Esta tela exibe informações sobre a titulação (duração, valor de deriva utilizado para compensação, tamanho da amostra, concentração de titulante, volume de titulante dispensado, ID do relatório de titulação).

Pressione  para ver o relatório de titulação.

Review Result				
KF_00046.RPT				
HI933 - Titration Report				
Method Name:	Water in Oil			
Time & Date:	14:32 Nov 23, 2018			
Titration ID:	KF_00046			
Nr	Volume[ml]	mV	Time	
0	0.0000	562.1	00:00:00	
1	0.0000	562.1	00:00:01	
2	0.0010	562.0	00:00:03	
3	0.0030	559.9	00:00:05	
4	0.0070	554.5	00:00:08	
5	0.0150	549.9	00:00:10	
View Graph	ESCAPE	Print Report	Page Up	Page Down

Pressione para ver o gráfico de titulação.

Pressione para imprimir o relatório.

5.5.7. HISTÓRICO DE ANÁLISE DE AMOSTRA

Ao pressionar , os resultados serão adicionados ao Histórico de Análise de Amostra, a fim de obter uma média de resultados de titulação.

Use as teclas e para percorrer a lista de resultados.

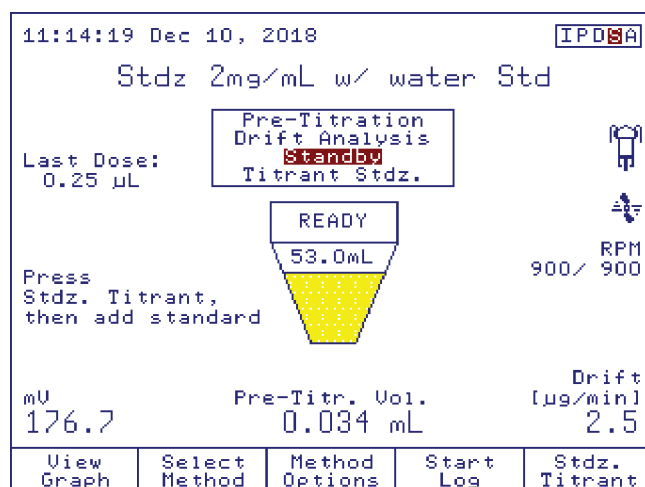
Use para escolher as amostras que serão usadas para obter a média.

Sample Analysis History		
Date/Time	Sample Conc.[ppm]	
* Nov 23, 2018 14:32	2149.2	
* Nov 23, 2018 14:50	2159.3	
* Nov 23, 2018 14:05	2132.3	
Standardized Titrant Conc.: 1.0002 mg/mL		
Sample Size: 0.2145 g		
Average Sample Conc.: 2146.9 ppm		
Standard Deviation: 13.6675 ppm		
Unselect.	Escape	Delete

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

5.6. PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE

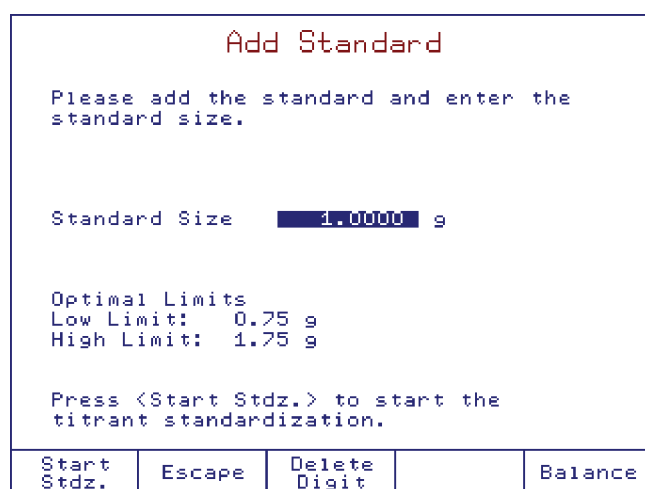
Enquanto no modo de **Standby**, pressione .



Nota: Se o valor de deriva for zero, uma mensagem de aviso será exibida para informar o usuário de que o solvente pode estar sobretitulado.

5.6.1. ADICIONANDO O PADRÃO

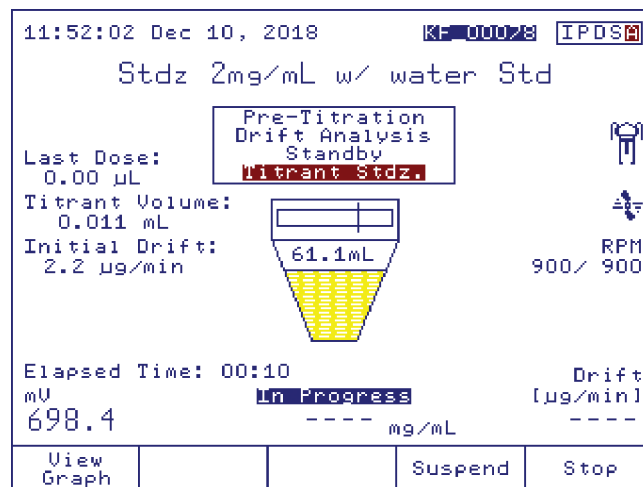
O usuário deve adicionar o padrão no béquer e inserir o tamanho do padrão. As unidades de tamanho da amostra são determinadas pela configuração do método.



Siga o mesmo procedimento usado para adicionar amostras (veja a seção [Análise de Amostras](#)).

5.6.2. INICIAR A PADRONIZAÇÃO

Pressione  para iniciar a padronização.



Nota: Durante a padronização de titulantes, o usuário tem as mesmas opções de uma análise de amostra (veja a seção [Análise de Amostra](#)).


Quando a padronização do titulante é concluída, o usuário tem duas opções para atualizar a concentração do titulante:

Ao pressionar  o titulante é atualizado com o resultado atual.

Ao pressionar  o usuário pode calcular a média da concentração do titulante usando mais resultados.



5.6.3. RESULTADO DA MÉDIA DA PADRONIZAÇÃO DE TITULANTES


Ao pressionar  os resultados podem ser adicionados ao histórico de análise da amostra a fim de obter uma média de concentração de titulante.

Titrant Standardization History	
Date/Time	Titer[mg/mL]
* Dec 10, 2018 12:40	2.2001
* Dec 10, 2018 12:46	2.2290
Standard Water Content: 0.9970 mg/g	
Standard Size: 2.9210 g	
Average Titer: 2.2145 mg/mL	
Standard Deviation: 0.0204 mg/mL	
Unselect	Escape
Update Titrant	Delete

Use as teclas  e  para navegar pela lista de resultados da concentração.

Use  para escolher os resultados de concentração de titulante que serão usados para obter a média.

Pressione  para atualizar a concentração com a média atual.

Nota: Quando não houver resultados selecionados, traços aparecerão nos campos de Concentração Média dos Titulantes e da Deriva Padrão.  não está disponível neste caso.

6. FUNÇÕES AUXILIARES

6.1. BOMBA DE AR

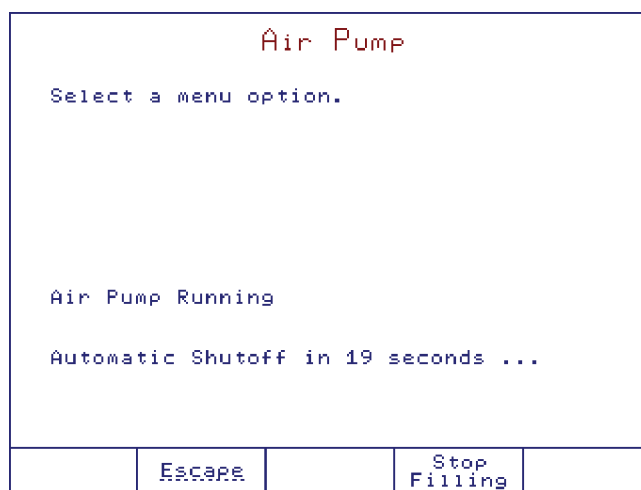
A bomba de ar é usada para adicionar ou remover o solvente no béquer de titulação sem exposição à umidade atmosférica.

Para ligar a **Bomba de ar**, pressione na tela principal.

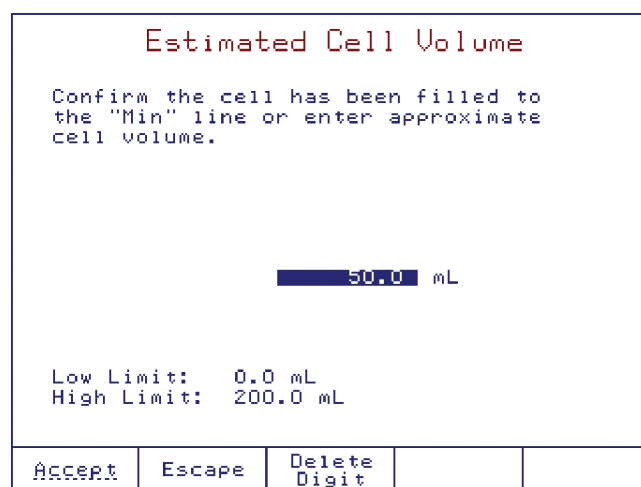
6.1.1. ENCHENDO O BÉQUER

Para adicionar solvente ao recipiente de titulação:

- 1) Pressione na tela da **Bomba de Ar**, a bomba de ar iniciará e solvente será adicionado ao béquer. Se o solvente não estiver fluindo ou estiver fluindo muito lentamente, verifique se o conjunto da tampa do frasco está montado e selado corretamente e que a mangueira de manuseio de líquidos alcança o fundo do frasco de solvente.



- 2) Quando o nível de solvente dentro da célula de titulação atingir a linha "Min", pressione para desligar a bomba de ar. Se não for pressionado, a bomba de ar irá desligar automaticamente após 20 segundos.
- 3) O **HI933** solicitará ao usuário que verifique se a célula de titulação foi preenchida até a linha "Min" (aprox. 50 mL). Pressione para voltar à tela principal.



6.1.2. ESVAZIANDO O BÉQUER

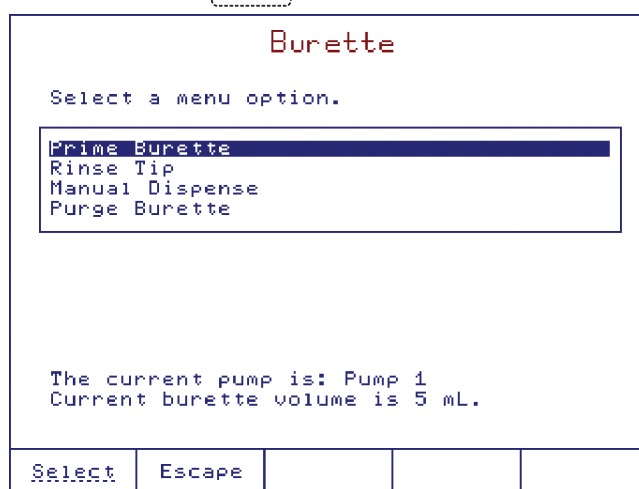
Para remover os resíduos do recipiente de titulação:

- 1) Desrosqueie ligeiramente a conexão da mangueira de resíduos e deslize a mangueira para baixo até que ela atinja o fundo do béquer.
- 2) Na tela de **Bomba de Ar**, pressione e deixe a bomba funcionar até que todos os resíduos foram removidos.
- 3) Pressione para desligar a bomba de ar. Se não for pressionado, a bomba de ar irá desligar automaticamente após 60 segundos.
- 4) Coloque o tubo de resíduos de volta em sua posição original e aperte novamente a conexão.

6.2. BURETA

Para acessar a tela **Bureta**, pressione na tela principal.

Destaque a opção desejada e depois pressione .

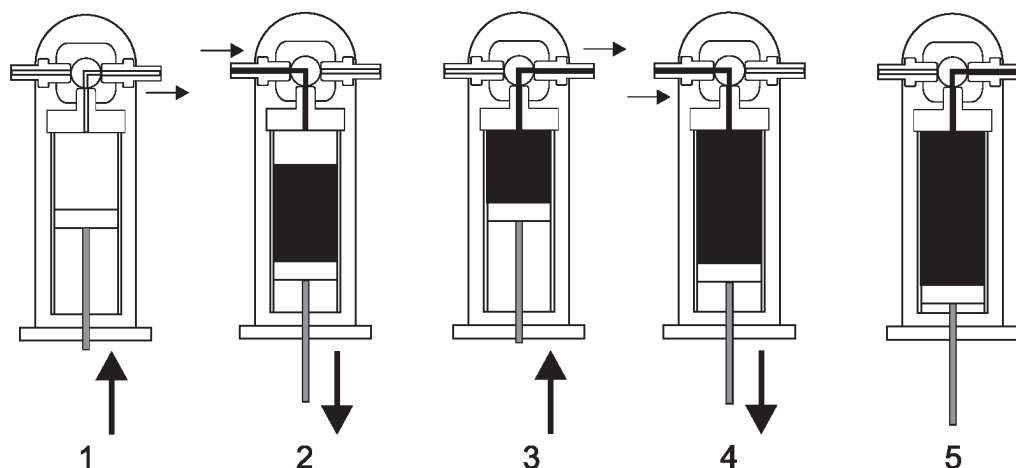


Nota: Não execute funções de bureta com solvente abaixo do sinal "Min". Fazendo isso, pode borrifar o titulante na parte superior do béquer ou outros componentes.

6.2.1. PREPARANDO A BURETA

Após a adição de solvente à célula de titulação, a bureta pode ser preparada com titulante. O processo de preparação consiste em vários ciclos de enchimento e esvaziamento da bureta com titulante. Ele garante que qualquer ar, água ou vapor de água na bureta ou na mangueira seja removido.

Dois ciclos de lavagem da bureta são mostrados na figura abaixo. A mangueira de distribuição é conectada no lado direito e a mangueira de aspiração no lado esquerdo.



Nota: Antes de iniciar esta operação, a mangueira de sucção deve ser inserido no frasco de titulante.

Para preparar a bureta, selecione *Preparar Bureta* na tela **Bureta**. Insira o número de enxágues e pressione . O número de enxágues da bureta pode ser ajustado entre 1 e 5 (recomendamos pelo menos três enxágues para garantir que as bolhas de ar sejam completamente removidas).

Total Burette Rinses				
Enter the total number of burette rinses.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">3</div>				
A minimum of three rinses is recommended.				
Accept	Escape	Delete Digit		

6.2.2. ENXÁGUE DA PONTA

Uma dose de 0.25 mL de titulante será distribuída pela bureta quando esta operação for selecionada. Esta operação eliminará qualquer contaminação da ponta de distribuição anti-difusão.

6.2.3. DISTRIBUIÇÃO MANUAL

Opção: 0.000125 a 4.750 mL (bureta de 5 mL)

A *Distribuição Manual* permite a dosagem de um volume de titulante definido. Selecione a opção *Manual Dispense* e pressione . A tela de **Distribuição Manual de Volume** ficará ativa e o volume desejado que será distribuído deverá ser inserido.

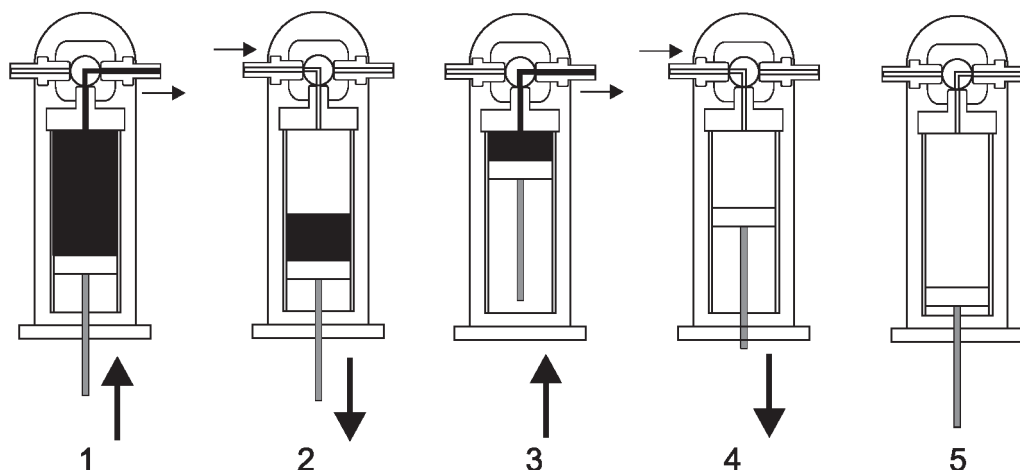
Manual Volume Dispense				
Enter the volume to be dispensed.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">1.000 mL</div>				
Current burette volume is 5 mL.				
Accept	Escape	Delete Digit		

6.2.4. PURIFICAÇÃO DA BURETA

Esta opção permite que a bureta seja esvaziada antes da limpeza e/ou armazenamento.

Nota: Antes de iniciar esta operação, retire a mangueira de sucção do frasco de titulante.

As figuras abaixo mostram as etapas de uma operação de purificação da bureta.



6.3. AGITADOR

Nota: Quando o agitador personalizado é selecionado (veja a seção [Opções Gerais](#)), os comandos relacionados ao agitador não estão disponíveis.

O agitador pode ser ligado e desligado pressionando enquanto estiver no modo de tela principal.

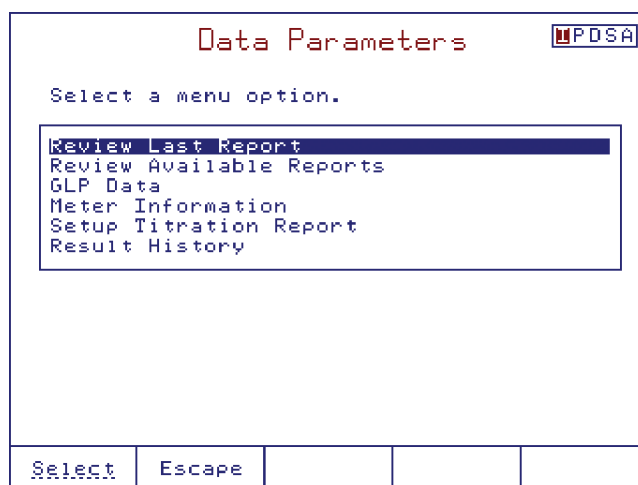
Durante o processo de titulação, a velocidade de agitação pode ser ajustada manualmente, usando as teclas e .

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

6.4. RESULTADOS

Para acessar a tela **Parâmetros de Dados**, pressione .

Nesta tela, você pode acessar as seguintes opções:



6.4.1. VER ÚLTIMO RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Reveja o último relatório de titulação.

Review Result			
KF_00046.RPT			
HI933 - Titration Report			
Method Name:	Water in Oil		
Time & Date:	14:32 Nov 23, 2018		
Titration ID:	KF_00046		
Nr	Volume[m1]	mU	Time
0	0.0000	562.1	00:00:00
1	0.0000	562.1	00:00:01
2	0.0010	562.0	00:00:03
3	0.0030	559.9	00:00:05
4	0.0070	554.5	00:00:08
5	0.0150	549.9	00:00:10

View Graph ESCAPE Print Report Page Up Page Down

As informações presentes no relatório se baseiam nas seleções feitas na tela de **Configuração de Relatório de Titulação**.

As seguintes teclas de opção estão disponíveis:

View Graph	Ver Gráfico de Titulação.
Print Report	Imprimir Relatório de Titulação.
Escape	Voltar a tela anterior.
Page Up	Teclas podem ser utilizadas para navegar pelas páginas.
Page Down	

6.4.2. VER RELATÓRIOS DISPONÍVEIS

Até 100 relatórios podem ser salvos no titulador. Para ver um dos relatórios salvos, destaque um relatório e pressione

Available Reports			
Highlight a report & press <View Report> to see the detailed data.			
Water in Oil	14:50	Nov 23, 2018	ID:KF_00046
Titration Report	14:50	Nov 23, 2018	ID:KF_00046
Water in Oil	14:32	Nov 23, 2018	ID:KF_00045
Titration Report	14:32	Nov 23, 2018	ID:KF_00045
Water in Oil	14:22	Nov 23, 2018	ID:KF_00044
Titration Report	14:22	Nov 23, 2018	ID:KF_00044
Water in Oil	11:13	Nov 23, 2018	ID:KF_00043
Titration Report	11:13	Nov 23, 2018	ID:KF_00043
Drift Report	11:02	Nov 23, 2018	ID:DR_00042
Hydranal Comp. 5 Stdz	07:04	Nov 23, 2018	ID:KF_00041
Titration Report	16:29	Nov 21, 2018	ID:KF_00041

View Graph ESCAPE View Report Print Report Delete Report

O relatório contém apenas as informações selecionadas em **Configuração de Relatório de Titulação** durante a geração do relatório.

As seguintes teclas de opção estão disponíveis:

View Graph	Ver Gráfico de Titulação.
View Report	Ver Relatório Selecionado.
Print Report	Imprimir Relatório de Titulação.
Delete Report	Apagar Relatório Selecionado.
Escape	Retornar a tela anterior.

6.4.3. DADOS GLP

Opção: até 20 caracteres

GLP Data																
Select a menu option.																
<table border="1"> <tr> <td>Company Name:</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Operator Name:</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Electrode Name:</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Field 1:</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Field 2:</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Field 3:</td> <td></td> </tr> </table>					Company Name:		Operator Name:		Electrode Name:		Field 1:		Field 2:		Field 3:	
Company Name:																
Operator Name:																
Electrode Name:																
Field 1:																
Field 2:																
Field 3:																
Select	Escape															

Nome da Empresa: Permite que o nome da empresa seja registrado em cada relatório.

Nome do Operador: Permite que o nome do operador seja registrado em cada relatório.

Nome do Eletrodo: Permite que o nome do eletrodo seja registrado em cada relatório.

Campos 1, 2, 3: Permite que qualquer informação adicional seja registrada em cada relatório.

Os campos devem ser selecionados em **Configuração de Relatório de Titulação** para que sejam exibidos no relatório de titulação.

6.4.4. INFORMAÇÕES DO MEDIDOR

Exibe dados de configuração do titulador.

Meter Information	
HI 933 Karl Fischer Volumetric Titrator	
SERIAL NUMBER	
Titrator Serial Number:	101290016102
Analog Board Serial Number:	201290016102
Pump Serial Number:	401280013101
Stirrer Serial Number:	601260103101
SOFTWARE VERSION	
Titrator Software Version:	v1.0
Base Board Software Version:	v1.0
Pump Software Version:	v1.0
Stirrer Software Version:	v1.0
RESOURCES VERSION	
String Resources Version:	v1.0
Menu Resources Version:	v1.0
Error Resources Version:	v1.0
Help Resources Version:	v1.0
Analog Calibration Date:	Oct 18, 2018
Escape	Print

Número de série do titulador: O número de série da placa mãe do titulador.

Número de série da placa analógica: O número de série da placa analógica do titulador.

Número de série do Agitador : O número de série do agitador.

Versão do Software do Agitador: A versão atual do software do agitador.

Versão do software do titulador: A versão atual do software instalado no titulador.

Versão do software da placa de base: A versão atual do software presente na placa de base do titulador.

Data de calibração analógica: Data de calibração do fabricante da placa analógica.

Versão dos Recursos: A versão atual dos recursos de texto.

Nota: Se transcorrido mais de 1 ano da data de calibração da placa analógica, a mensagem **Calibração Analógica Vencida** aparecerá na tela principal. Entre em contato com a assistência técnica da Hanna Instruments Brasil para saber como proceder.

6.4.5. CONFIGURAÇÕES DO RELATÓRIO DE TITULAÇÃO

Personalize um relatório para registrar os resultados da titulação. Um asterisco significa que a opção será incluída no relatório de titulação.

- Select Adiciona a informação destacada ao relatório.
- Unselect Remove a informação destacada do relatório.
- Escape Volta a **Tela dos Dados do Parâmetros**. O relatório não é atualizado.
- Save Report Atualize o relatório com os itens selecionados. Os relatórios salvos anteriormente não serão atualizados.
- Page Up Page Down Navegar pelas opções.

6.4.6. HISTÓRICO DE RESULTADOS

Essa opção permite que o usuário acesse o histórico de análise da amostra e a média dos resultados de titulação.

Utilize as setas e para navegar pela lista de resultados.

Use para escolher as amostras que serão usadas como média.

Nota: Quando nenhum resultado for selecionado, riscos irão aparecer nos campos de Concentração Média da Amostra e o Desvio Padrão.

7. MANUTENÇÃO E PERIFÉRICOS

7.1. MANUTENÇÃO DA BURETA

A bureta de 5 mL incluída com o titulador atende e excede a norma ISO 8655 para a entrega precisa de líquidos por uma bureta de pistão acionada por motor.

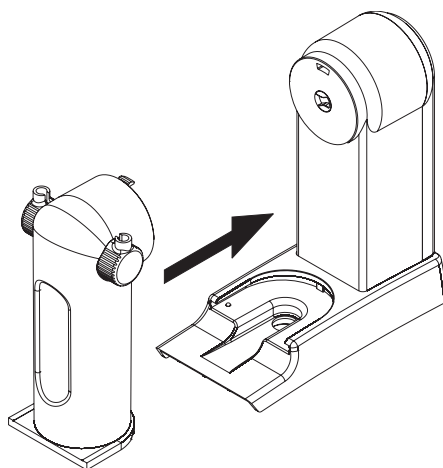
7.1.1. CONJUNTO DA BURETA

O conjunto da bureta consiste em uma carcaça rígida que segura a seringa de vidro e uma válvula de 3 vias e está conectada às mangueiras de titulante. A bureta é fornecida com uma seringa de 5 mL e com todos os acessórios para montagem (Veja a seção **Setup**).

Nota: A mangueira de distribuição tem duas extremidades encaixadas. Uma das extremidades é equipada com um encaixe de bureta e a outra é equipada com um encaixe de béquero.

7.1.1.1. TROCANDO A BURETA

Retire a bureta do encaixe da bomba deslizando-a para frente e depois deslize a nova bureta no lugar (veja a figura abaixo).

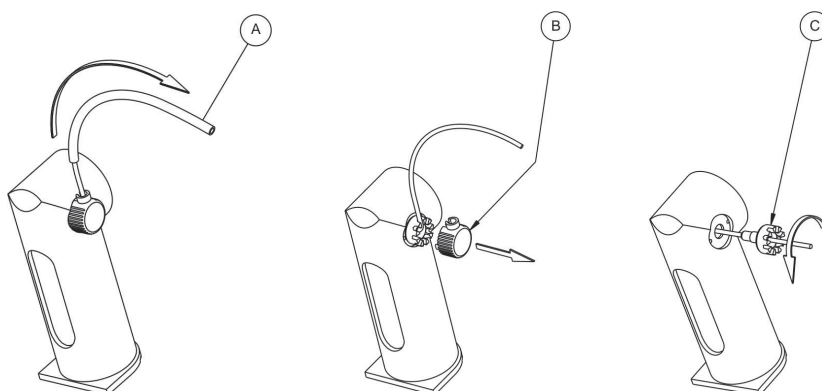


7.1.1.2. DESMONTAGEM DA MANGUEIRA DE DISTRIBUIÇÃO E DA MANGUEIRA DE ASPIRAÇÃO

Tanto as mangueiras de aspiração quanto as de distribuição têm um encaixe e um protetor de mangueira. A mangueira de aspiração será montada no lado esquerdo e a mangueira de distribuição será montada no lado direito da bureta.

Para remover a mangueira de distribuição e a mangueira de aspiração, siga estes passos:

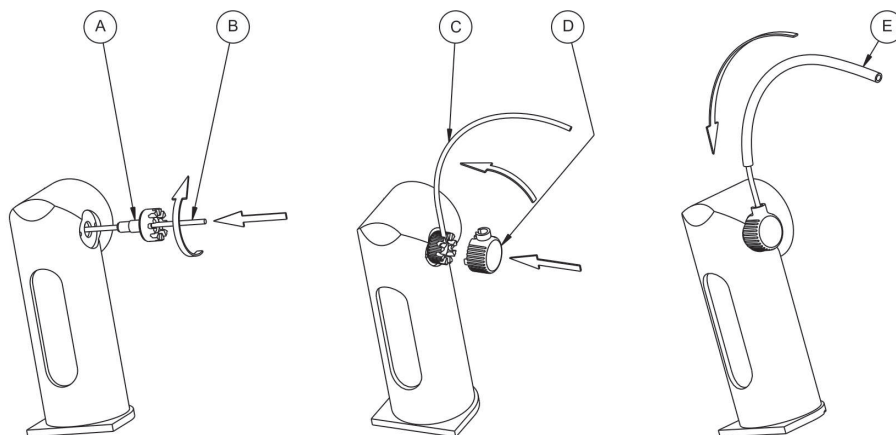
- Remova o protetor de mangueira azul (A) deslizando pela mangueira de titulante transparente
- Remova a trava da mangueira (B) do suporte da bureta
- Desrosqueie o encaixe (C) em sentido anti-horário para removê-lo do suporte da bureta.
- Deslize a mangueira de titulação transparente pelo encaixe.



7.1.1.3. MONTAGEM DA MANGUEIRA DE DISTRIBUIÇÃO E DA MANGUEIRA DE ASPIRAÇÃO

Para fixar a mangueira de distribuição e a mangueira de aspiração, siga estes passos:

- Coloque a extremidade de ponta lisa da mangueira de titulação na saída da válvula (A) e aperte o encaixe em sentido horário para apertar. O mais alto dos 9 cortes deve ser vertical na posição final.
- Dobre a mangueira na posição vertical para entrar no corte mais alto do encaixe (C)
- Coloque a trava da mangueira (B) no encaixe.
- Coloque o protetor de mangueira azul (E) deslizando sobre a mangueira de titulante transparente, o protetor ficará na trava do encaixe da mangueira.
- Repita estes passos para a mangueira de aspiração.



7.1.1.4. LIMPEZA DA BURETA

Para limpar a bureta, siga estes passos:

- Se a bureta estiver cheia de titulante, retire a mangueira de aspiração do frasco de titulante e purifique a bureta (veja a seção **Funções Auxiliares**)
- Insira a mangueira de aspiração no solvente Karl Fischer
- Prepare a bureta para enchê-la com solvente (usar 2 enxágues) (veja a seção **Funções Auxiliares**)
- Durante o segundo enchimento da bureta, remova a mangueira de aspiração do solvente ou solução de limpeza e deixe que o ar substitua o líquido na bureta.

Se este simples procedimento de limpeza não for adequado, continue com estas etapas:

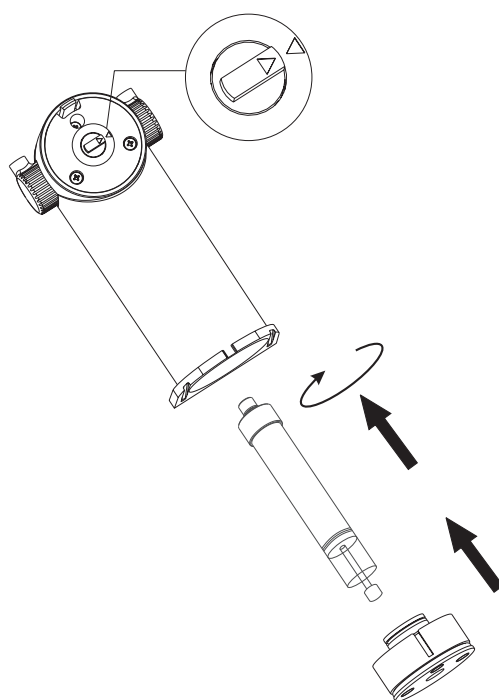
- Deslize a bureta para fora do conjunto da bomba
- Remova as mangueiras de distribuição e de aspiração. Limpe-as separadamente ou insira novas mangueiras
- Use a **HI900942** Ferramenta de remoção de bureta para remover a tampa de proteção da parte de baixo do conjunto da bureta.
- Desrosqueie manualmente a seringa do conjunto de bureta
- Extraia o pistão da seringa
- Limpe o pistão e a seringa com solução de limpeza apropriada
- Remova o excesso de líquido.

Nota: Lave as mangueiras, seringa e pistão com solvente seco (etanol, isopropanol ou metanol) antes de remontar para remover qualquer excesso de água.

Aviso! Evite encostar as mãos diretamente no titulante. Evite derramar o titulante. Limpe o lado externo da seringa e do pistão para remover produtos químicos agressivos. Não toque na parte branca de PTFE do pistão ou nas paredes internas da bureta com as mãos nuas ou materiais gordurosos.

Consulte a ficha de segurança (MSDS) do fabricante para obter instruções de manuseio seguro.

- Reinsira o pistão na seringa
- Use os dedos para rosquear a seringa no conjunto da bureta
- Reinsira a tampa de proteção na parte inferior do conjunto da bureta. Posicione cuidadosamente a tampa na bureta
- Deslize a bureta para dentro do suporte. Posicione o eixo do pistão para acoplar corretamente a bomba
- Recomenda-se encher a bureta três vezes com um novo titulante.



7.1.2. PREPARAÇÃO DA BURETA (PREENCHENDO COM TITULANTE)

Antes de iniciar uma titulação, a bureta deve ser devidamente preenchida com titulante, a fim de obter um resultado preciso e repetível. Para preencher a bureta, siga os próximos passos e recomendações:

- Se necessário, limpe a bureta e certifique-se de que ela esteja vazia
- Na tela principal, pressione **Burette**
- Destaque a opção **Prime Burette** e pressione **Select**
- Insira o número de vezes que a bureta precisa ser enxaguada (recomenda-se um mínimo de três enxáguas).
- Pressione **Accept**
- Insira a mangueira de aspiração no frasco de titulante somente quando o pistão estiver descendo e tiver atingido cerca de $\frac{1}{4}$ a partir do topo.
- Para evitar a presença de bolhas de ar dentro da bureta, certifique-se de ter um fluxo contínuo de líquido dentro da bureta. É normal a presença de um pouco de ar logo acima do nível do líquido durante o primeiro enchimento. O próximo enchimento evacuará todo o ar, nenhum ar será deixado na válvula.
- Às vezes, durante este processo, um leve toque de dedo nas mangueiras é útil para remover qualquer bolha de ar residual.

7.2. MANUTENÇÃO DA SONDA

A manutenção adequada da sonda é crucial para medições confiáveis e para prolongar a vida útil da sonda. A frequência da manutenção dependerá em grande parte do tipo de amostras que forem analisadas. A manutenção pode ser necessária se qualquer um dos seguintes aspectos for observado:

- Eletrodo com resposta lenta ou sem resposta;
- Leituras ruidosas de mV;
- Detritos sobre ou entre os pinos do eletrodo;
- Revestimento sobre os pinos de eletrodos.

Se estes sinais forem observados, os pinos do eletrodo podem estar sujos. Lave o eletrodo com um solvente apropriado para o tipo de amostra utilizada - o metanol geralmente é suficiente.

Deixe a sonda secar completamente antes de reinstalar.

Se for necessária uma limpeza mais profunda, mergulhe o eletrodo na solução de limpeza de uso geral para eletrodo de pH **HI7061**, depois enxágue com água seguida de metanol. Deixe secar antes de reinstalar.

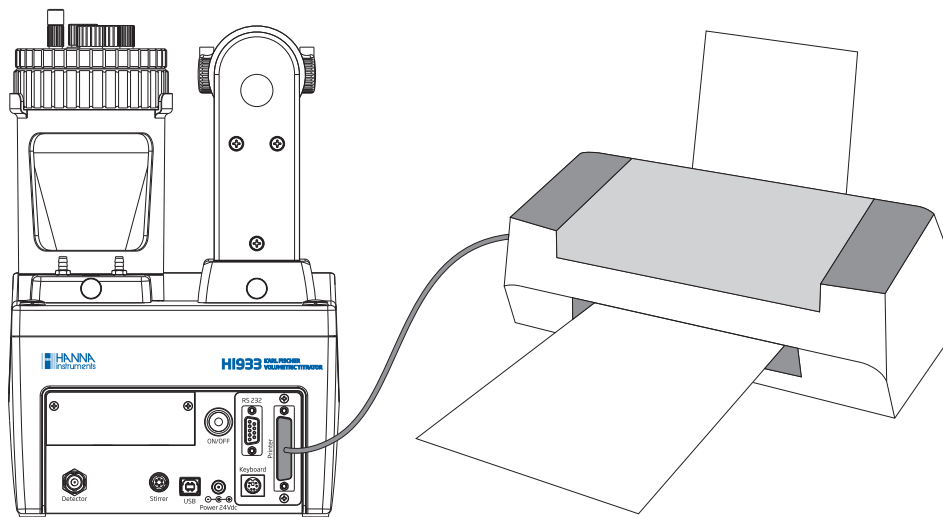
Após deixar que a sonda seque, verifique se não há fissuras de vidro, especialmente perto dos pinos do eletrodo Troque o eletrodo se alguma rachadura for encontrada.

Aviso! Tome cuidado para proteger os pinos do eletrodo de danos! Evite o uso de escovas/abrasivos para limpar os pinos. Os pinos podem dobrar-se facilmente, o que causará erros permanentes nas leituras de mV!

7.3. PERIFÉRICOS

7.3.1. CONECTANDO UMA IMPRESSORA

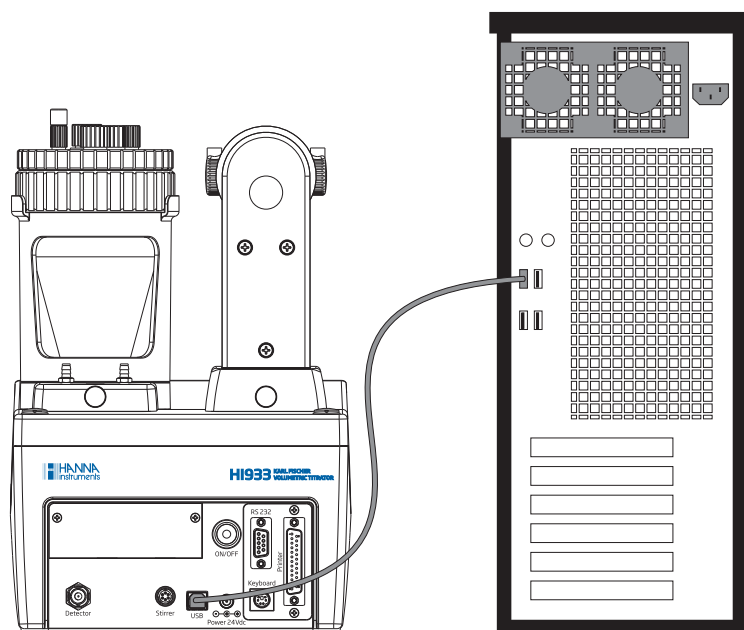
Uma variedade de impressoras paralelas pode ser conectada à porta paralela do titulador usando um cabo padrão DB25.



Aviso! O titulador e a impressora externa devem estar ambos desligados antes de serem conectados.

7.3.2. CONECTANDO A UM COMPUTADOR

O titulador pode ser conectado a um computador usando um cabo USB. O software **HI900** deve estar instalado no PC.

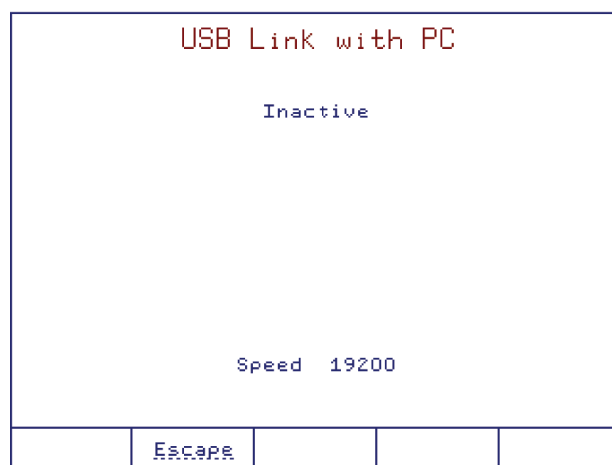


Conecte o cabo à porta USB no painel traseiro do titulador.

Conecte o cabo à porta USB do PC.

Entre na tela **Conexão USB com PC** no titulador (veja a seção **Opções Gerais**).

Inicie o software **HI900** e depois selecione a porta USB apropriada no PC.

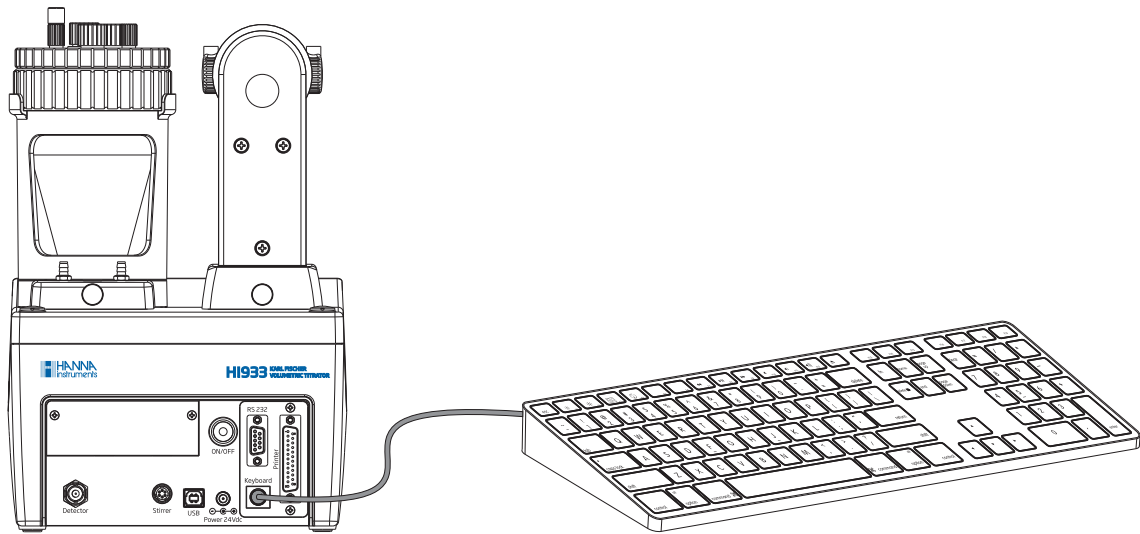


O aplicativo **HI900** permite a transferência de métodos e relatórios entre o titulador e o computador.

Aviso! A conexão/disconexão do CABO DE ENERGIA, CONJUNTO DA BOMBA, IMPRESSORA ou BALANÇA deve ser feita quando o titulador e dispositivos externos estão desligados.

7.3.3. CONECTANDO UM TECLADO EXTERNO

Esta conexão permite o uso de um teclado externo PS/2 PC, além do teclado do titulado.



A correspondência entre o Teclado do Titulado e o teclado externo do tipo 101 dos Estados Unidos é:

Teclado Externo (tipo 101 dos Estados Unidos)	Teclado do Titulado
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 direita)
Tecla de Função F-6	Tecla de opção 2 (da esquerda para direita)
Tecla de Função F-7	Tecla de opção 3 (da esquerda para direita)
Tecla de Função F-8	Tecla de opção 4 (da esquerda para direita)
Tecla de Função F-9	Tecla de opção 5 (da esquerda para direita)
Tecla de Função F-10	
Tecla de Seta: Para Cima	
Tecla de Seta: Para Baixo	
Tecla de Seta: Esquerda	
Tecla de Seta: Direita	
Page Up	
Page Down	
Teclas Numéricas: 0 a 9	
Enter	
Teclas Alfanuméricas	Permite entradas alfanuméricas

8. OTIMIZAÇÃO DE MÉTODOS

8.1. CONFIGURAÇÕES DE TITULAÇÃO

As configurações de fábrica incluídas com os métodos padrão foram desenvolvidas pela Hanna Instruments a fim de fornecer resultados precisos para a maioria das amostras sem exigir a entrada adicional dos analistas ou o ajuste fino do método. Entretanto, a fim de atender a uma variedade maior de tipos de amostras e matrizes, todos os parâmetros de titulação do **HI933** são personalizáveis. Esta seção fornece as descrições dos parâmetros críticos de titulação necessários para um analista modificar um método padrão ou desenvolver um método de titulação a partir do zero.

Os métodos do **HI933** podem ser modificados e personalizados com base nas exigências da amostra, matriz da amostra e formulação do reagente. As configurações modificáveis do usuário são separadas em duas categorias: Parâmetros de Controle, que definem funções críticas que determinam o curso de uma titulação e definem a forma como as titulações são terminadas, e Opções de Métodos, que controlam características menores que não afetam diretamente as medições e permitem principalmente aos usuários avançados encurtar os tempos de titulação.

8.2. PARÂMETROS DE CONTROLE

8.2.1. POTENCIAL DE PONTO FINAL E CORRENTE DE POLARIZAÇÃO

O **HI933** utiliza o sistema de eletrodo polarizado conhecido como indicação bivoltamétrica. O titulador monitora a tensão necessária para manter uma corrente de polarização constante (I_{pol}) entre os pinos de um eletrodo Karl Fischer de platina dupla durante o curso de uma titulação.

Durante uma titulação, nenhum excesso de iodo está presente. Para manter a corrente de polarização definida, o **HI933** deve aplicar uma tensão relativamente grande através dos pinos do eletrodo.

No ponto final da titulação, a quantidade de iodo adicionada é igual à quantidade de água da amostra. Quando um excesso de titulante for adicionado, o iodo está presente na solução. O excesso de iodo é facilmente reduzido, e o iodeto resultante é facilmente oxidado em reações de eletrodos no cátodo e ânodo respectivamente. A facilidade destas reações torna possível manter a corrente de polarização constante em um potencial de eletrodo muito menor.

Em teoria, uma grande mudança no potencial do eletrodo indica o ponto final. Na prática, um ponto final de titulação é atingido quando o potencial do eletrodo cai abaixo de um valor definido pelo usuário e o critério de terminação escolhido é atendido.

A escolha do potencial do ponto final deve ser baseada, principalmente, na corrente de polarização e, em menor grau, na composição do solvente Karl Fischer e na matriz da amostra. Se a corrente de polarização for alterada, o potencial do ponto final também deve ser alterado. Além disso, há armadilhas a serem evitadas ao escolher um potencial de ponto final. A seleção de pontos finais que são tanto “muito altos” quanto “muito baixos” resultará em longos tempos de titulação e reprodutibilidade deficiente. Pontos finais que são “muito altos” são aqueles que resultam em pontos finais que ou precedem ou coincidem com o ponto de equivalência, de modo que a concentração de iodo em excesso não é detectada de forma confiável. Os potenciais de pontos finais são considerados “muito baixos” quando correspondem a um grande excesso de iodo na célula de titulação.

Além disso, a duração de uma titulação é proporcional à corrente de polarização. Assim, o tempo de titulação pode ser reduzido através do aumento da corrente de polarização. Enquanto o valor padrão da (I_{pol}) de $20 \mu A$ resulta na titulação mais rápida do que as opções menores de 1, 2, 5, 10, e $15 \mu A$, um aumento adicional para 30 ou $40 \mu A$ não encurta significativamente uma titulação. Entretanto, a escolha de correntes de polarização mais altas irá acelerar a contaminação do eletrodo e potencialmente degradar as amostras usando sistemas especiais de solventes.

8.2.1.1. PARÂMETROS DE DOSAGEM

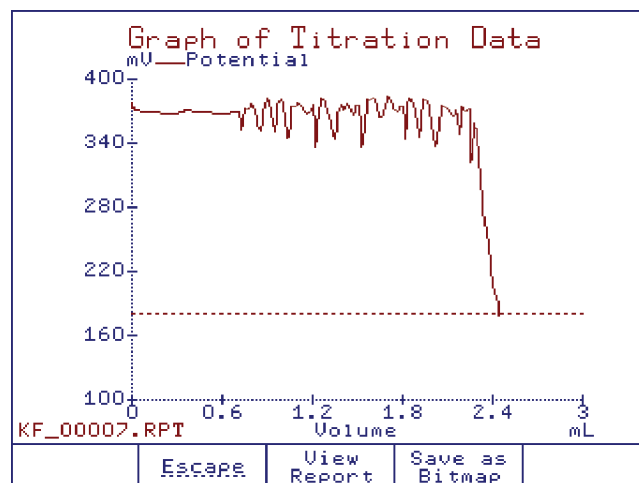
O **HI933** prevê o ponto final próximo e reduz os volumes de titulação adicionados até que o ponto final seja alcançado. Este é um processo controlado por software conhecido como dosagem dinâmica. A dosagem dinâmica impede a adição de titulante além do ponto final e fornece uma densidade de dados melhorada nas proximidades do ponto final, resultando em uma determinação precisa do ponto final e titulações mais rápidas. O volume mínimo e máximo da dose deve ser ajustado apropriadamente pelo usuário para que a dosagem dinâmica seja eficaz.

8.2.1.1.1. DOSAGEM MÍNIMA

Diminuir a dose mínima aumenta a precisão, mas prolonga o tempo de titulação. A única exceção é quando o tempo de estabilidade foi selecionado como critério de terminação e há uma alta taxa de deriva. Sob estas circunstâncias, a dose mínima deve ser suficientemente grande para manter o potencial do ponto final, reagindo toda a água devido à taxa de deriva ao longo do período de tempo escolhido. Aumentar a dose mínima diminui o tempo de titulação, mas reduz a precisão e aumenta a chance de sobretitulação.

8.2.1.1.2. DOSAGEM MÁXIMA

O volume máximo de dosagem deve ser adaptado de acordo com a formulação e concentração do titulante. O volume máximo da dosagem deve ser ajustado o mais alto possível sem exceder a taxa de reação do sistema reagente. A tabela abaixo fornece doses máximas sugeridas para sistemas de reagentes populares com base em suas taxas de reação relativas. A maneira mais eficaz de otimizar o volume máximo de dosagem é considerar a duração da titulação e examinar a forma da curva de titulação. Caso o volume máximo da dosagem seja muito alto, o iodo será adicionado mais rapidamente do que a taxa de reação da titulação. Este excesso de iodo resultará em uma queda acentuada no potencial do eletrodo que será interpretado pelo **HI933** como um ponto final próximo. Isto, por sua vez, resultará no algoritmo de dosagem dinâmica reduzindo o tamanho da dose até que o excesso de iodo tenha tempo para reagir. O tamanho reduzido da dose interrompe efetivamente a titulação e adiciona tempo considerável à duração da titulação. A titulação será interrompida repetidamente desta forma, de modo que o tempo total de titulação seja maior, mesmo que o valor máximo de dosagem seja definido para um grande volume. A curva de titulação resultante mostrará:



Como as taxas de reação são mais rápidas com reagentes de dois componentes do que aquelas observadas com reagentes de um componente, o volume máximo de dosagem pode ser ajustado ligeiramente mais alto quando se usa sistemas de dois componentes. No caso em que a dose máxima for muito baixa, o tempo de titulação será prolongado.

Sistema de Reagente Karl Fischer	Volume Máximo de Dosagem
Sistema de Um Componente	20 a 30 μL
Sistema de Um Componente para aldeídos e cetonas	20 a 25 μL
Sistema de Um Componente formulado com piridina	15 a 20 μL
Sistema de Dois Componentes	40 a 60 μL
Sistema de Dois Componentes formulados com piridina	25 a 30 μL

8.2.1.2. MODO DE DOSAGEM MÁXIMA

Se essa opção for habilitada, quando o valor de mV for maior que 150 mV do ponto final definido, o algoritmo sempre irá dosar o valor máximo, assim, reduzindo o tempo de titulação.

Se a titulação estiver ruidosa, existe o risco de titulação excessiva da célula.

8.2.1.3. INCREMENTO TEMPORIZADO

Este ajuste controla a quantidade de tempo entre as doses sucessivas de titulante.

Ajustar o tempo do incremento é importante para assegurar que o titulante tenha tempo adequado para se misturar com a amostra, de modo que o eletrodo meça uma solução homogênea antes que o titulador tome a decisão sobre o tamanho da próxima dose de titulante.

O valor do tempo de incremento depende do tipo de sistema de reagente que está sendo utilizado. Enquanto o valor padrão de 1 segundo é compatível para uso com qualquer sistema de reagente, as titulações usando sistemas de reagentes de dois componentes podem ser aceleradas diminuindo o tempo entre doses sucessivas.

8.2.1.4. MODO DE ÍNICIO

O **HI933** pode ser ajustado tanto para o modo normal quanto para o modo de início cauteloso. A característica de início cauteloso é projetada para evitar a sobretitulação acidental de uma amostra com teor muito baixo de água. No modo de início cauteloso, o **HI933** inicia uma titulação usando a dose mínima especificada pelo usuário em vez de começar com metade da dose máxima, como no modo de início normal.

8.2.1.5. MÉDIA DE SINAL

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

8.2.1.6. TAXA DE FLUXO

A configuração da taxa de fluxo especifica o volume de titulação entregue por minuto. A taxa de fluxo padrão deve ser usada para a maioria das titulações. Nos casos em que o titulante é mais viscoso, a taxa de fluxo pode ser reduzida.

8.2.2. PARÂMETROS DE FINALIZAÇÃO

O **HI933** fornece uma opção de três critérios pelos quais uma titulação pode ser considerada como tendo alcançado um ponto final com sucesso.

8.2.2.1. TEMPO DE ESTABILIDADE

Quando este critério de terminação é selecionado, considera-se que uma titulação atingiu um ponto final quando o potencial do eletrodo permanece abaixo do potencial do ponto final especificado por um período de tempo chamado de tempo de estabilidade. Os tempos típicos de estabilidade do ponto final variam entre 5 e 15 segundos. Para que este

critério finalize com sucesso uma titulação, o tempo de estabilidade e o tamanho mínimo da dose devem ser definidos de tal forma que, ao final de uma titulação, o tamanho mínimo da dose seja suficientemente grande para reagir toda a umidade que vaza para a célula devido a deriva durante o tempo de estabilidade definido. Se o volume da dose mínima for muito pequeno para compensar a umidade introduzida pela deriva, a titulação nunca será finalizada.

8.2.2.2. CRITÉRIOS DE TERMINAÇÃO DE PARADA DE DERIVA

Os critérios de terminação baseados na deriva, ou Drift stop, finalizam as titulações com base na idéia de que no final de uma titulação, quando toda a água da amostra tiver sido reagida, o titulador só deve estar titulando a umidade infiltrada na célula devido à taxa de deriva de fundo (veja a seção **Análise de Deriva** para uma explicação detalhada da deriva de fundo).

O ideal seria que o critério de terminação de parada de deriva terminasse uma titulação quando uma taxa de deriva idêntica àquela que precedeu o início de uma titulação fosse observada no final de uma titulação. Entretanto, de um ponto de vista prático, a obtenção de uma taxa de deriva idêntica resulta em tempos de titulação muito longos. A fim de encurtar os tempos de titulação enquanto ainda se aproveitam os aspectos positivos da terminação baseada na deriva, o **HI933** incorpora dois critérios de terminação de parada de deriva, parada de deriva relativa e parada de deriva absoluta.

8.2.2.2.1. PARADA DE DERIVA RELATIVA

O parâmetro de terminação de parada de deriva relativa deve ser a primeira opção de critério de terminação. É o mais aplicável universalmente, mais fácil de usar e resulta em titulações rápidas e repetíveis.

Este parâmetro tem vantagem sobre outros critérios de terminação na medida em que o valor relativo da terminação da taxa de deriva relativa pode ser definido independentemente da concentração de titulante e da taxa de deriva inicial.

Sob este critério, uma titulação atinge um ponto final com sucesso quando o **HI933** titula toda a umidade 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 definido de “parada de deriva relativa” (ou seja, uma deriva ligeiramente maior do que a taxa de deriva inicial).

A escolha do valor de parada de deriva relativa influencia a duração da titulação e a reprodutibilidade. A escolha de valores baixos de parada de deriva relativa (5 a 10 $\mu\text{g}/\text{min}$) resultará em titulações com alta reprodutibilidade e longa duração. A escolha de valores altos de parada de deriva relativa (20 a 30 $\mu\text{g}/\text{min}$) resultará em titulações rápidas com reprodutibilidade potencialmente reduzida. A reprodutibilidade reduzida a valores de parada de deriva mais altos é particularmente preocupante quando se usa reagentes que têm taxas de reação mais lentas (reagentes de um componente ou reagentes de aldeído e cetona).

É importante estabelecer um valor de parada de deriva relativa apropriado quando se trabalha com amostras insolúveis ou pouco solúveis. Durante estes tipos de titulações, os traços finais de umidade são liberados muito lentamente. Se a amostra contiver uma pequena quantidade de umidade (os traços finais são uma grande fração da umidade total), o valor de parada de deriva relativa deve ser definido muito baixo. Se os traços finais puderem ser ignorados porque o teor de umidade da amostra é grande, então as titulações podem ser terminadas com um valor mais alto de terminação de taxa de deriva.

8.2.2.2.2. PARADA DE DERIVA ABSOLUTA

Sob este critério, uma titulação atinge um ponto final com sucesso quando a deriva cai abaixo de um limite pré-definido chamado de valor de parada de deriva absoluta.

O valor de parada de deriva absoluta não leva em conta a taxa de deriva inicial, mas tem a vantagem de poder ser definido sem considerar a concentração do titulante. Além disso, para que uma titulação alcance o ponto final, o limite absoluto de parada de deriva deve ser definido acima do valor da taxa de deriva inicial.

A principal desvantagem associada ao critério de terminação da taxa de deriva absoluta é que a taxa real de deriva de fundo deve ser considerada antes de estabelecer o limite da taxa de deriva absoluta. Ao definir o limite de deriva absoluta, deve-se encontrar um equilíbrio entre a velocidade de titulação e a precisão. A escolha de um limite ligeiramente maior do que a taxa de deriva inicial resultará em alta reprodutibilidade e titulações relativamente lentas. Ajustar o limite mais alto ($> 30 \mu\text{g}/\text{min}$) esultará em titulações muito rápidas e reprodutibilidade reduzida da titulação.

8.2.3. OPÇÕES DE MÉTODO

8.2.3.1. QUANTIDADE DE PRÉ-DISTRIBUIÇÃO

É possível encurtar os tempos de titulação adicionando uma grande fração do titulante no início da análise se o teor aproximado de umidade da amostra for conhecido.

Quando ativado, a quantidade de pré-distribuição pode ser ajustada para fornecer entre 1% e 90% do titulante necessário para atingir o ponto final da titulação. Uma alta quantidade de pré-distribuição (cerca de 90%) aumenta as chances de resultados errôneos. Quantidades de pré-distribuição acima de 50% só devem ser usadas se a reação for muito rápida.

8.2.3.2. TEMPO DE AGITAÇÃO DE PRÉ-ANÁLISE

Ao analisar amostras sólidas com solubilidade limitada ou que liberam 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 pontos finais inalcançáveis. A opção de tempo de agitação pré-análise assegura que após a adição da amostra a mistura de titulação seja agitada por um período de tempo antes que qualquer titulante seja adicionado à célula. O tempo de agitação na pré-análise pode ser ajustado entre 0 e 1.000 segundos.

8.2.3.3. VELOCIDADE DE AGITAÇÃO

A velocidade de agitação do **HI933** pode ser ajustada entre 200 e 2000 RPM com resolução de 100 RPM. O sistema de agitação é equipado com um mecanismo de feedback óptico para garantir que o motor de agitação esteja girando na velocidade definida pelo usuário.

A velocidade ideal de agitação é obtida quando um pequeno vortex é visível. Se a velocidade de agitação for muito baixa, o titulante não reagirá com a amostra antes de alcançar o eletrodo, resultando em sobretitulação e má reprodutibilidade da titulação. Se a velocidade de agitação for muito alta, bolhas se formarão na solução. As bolhas podem desestabilizar ou falsificar o potencial de medição do eletrodo.

A velocidade de agitação padrão para os reagentes padrão de Karl Fischer disponíveis comercialmente, utilizados dentro da faixa de volume operável da célula padrão da Hanna Instruments e com a barra de agitação magnética fornecida, é de 900 RPM. As amostras que resultam em uma solução de titulação com maior ou menor viscosidade podem requerer ajuste de velocidade de agitação.

8.2.3.4. ENTRADA DE TAXA DE DERIVA DE FUNDO

Esta opção oferece uma escolha entre a determinação automática da taxa de deriva do **HI933** e a atribuição de um valor fixo a ser utilizado pelo titulador como taxa de deriva.

O principal benefício de ignorar o recurso de taxa de deriva automática é economizar tempo. Isto é apropriado ao titular amostras com alto teor de umidade 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 **HI933** conduza uma análise da taxa de deriva.

8.3. A AMOSTRA

8.3.1. PROCEDIMENTO CORRETO DE AMOSTRAGEM

A amostragem adequada é essencial para determinar com precisão o teor de umidade dos materiais a granel, particularmente com amostras não homogêneas. Muitos métodos padrão detalham as instruções para garantir uma amostragem adequada. Como regra geral, as seguintes diretrizes devem ser seguidas:

- A amostra deve ser representativa. O teor de umidade da amostra coletada é o mesmo que o teor médio de umidade do material a granel.
- Evite expor as amostras aos efeitos contaminantes da umidade atmosférica. Recolha amostras o mais rápido possível e proteja a amostra durante o transporte e/ou armazenamento.
- Retire amostras do interior do material a granel. Superfícies de materiais higroscópicos podem conter níveis mais altos de umidade em relação ao restante do material. Superfícies de materiais que liberam água podem conter menos água em relação ao restante do material.
- A coleta de grandes amostras de materiais a granel resultará em uma amostra mais representativa.

8.3.2. DETERMINAÇÃO DO TAMANHO IDEAL DE AMOSTRA

A escolha adequada do tamanho da amostra é fundamental para se obter resultados de titulação precisos e repetíveis. Como regra geral, o tamanho da amostra deve ser selecionado de forma que cerca de 30 a 70% do volume da bureta seja consumido durante uma titulação. Isto fornece titulante suficiente para garantir uma boa precisão enquanto conserva os reagentes e minimiza a geração de resíduos.

A tabela abaixo ilustra a relação entre a reprodutibilidade da titulação, o volume de titulante consumido durante uma titulação, a quantidade de água contida em uma amostra, o tamanho de uma amostra e o teor de umidade de uma amostra.

Desvio Padrão Relativo	Volume de Titulante Necessário		Quantidade de Água na Amostra	Tamanho da Amostra	Conteúdo de Água na Amostra
>5,0%	0,002 mL	0,005 mL	10 µg		10%
3,0%	0,02 mL	0,05 mL	100 µg	0,01 g	1%
1,0%				0,1 g	
0,65%	0,2 mL	0,5 mL	1 mg	1 g	1000 ppm
				10 g	
<0,40%	2,0 mL	5,0 mL	10 mg	100 g	100 ppm
	20 mL	50 mL	100 mg		10 ppm
	5 mg/mL	2 mg/mL			

O tamanho ideal da amostra pode ser estimado usando a tabela traçando uma linha do teor esperado de umidade até a quantidade de água na amostra correspondente à reprodutibilidade da titulação desejada (desvio padrão relativo). O tamanho ideal da amostra é indicado por onde a linha traçada intercepta a coluna "tamanho da amostra".

Considere a linha na tabela como um exemplo. A linha foi desenhada para um usuário com uma amostra com aproximadamente 1% de água que exigia a melhor reprodutibilidade possível. A intersecção da linha vermelha com a coluna de tamanho da amostra indica que, para introduzir os 10 mg de umidade ideais na célula de titulação, o usuário deve adicionar 1g de amostra. A quantidade de amostra necessária para introduzir 10 mg de umidade na célula de titulação também pode ser calculada diretamente usando a equação abaixo.

$$\text{Massa da Amostra (g)} = \frac{1}{\%H_2O \text{ na amostra}}$$

8.3.3. AMOSTRAS SÓLIDAS

A amostra de água deve estar disponível para reagir com o titulante. Isto normalmente significa que a amostra deve ser adequadamente dissolvida no solvente. Isto é alcançado escolhendo um sistema de solvente apropriado, preparação adequada da amostra e otimização das condições de reação. Após garantir que a amostra é solúvel na escolha do solvente ou mistura de solvente, a dissolução de uma amostra sólida pode ser auxiliada pela moagem da amostra em um pó fino, aumentando o tempo de agitação da pré-análise ou aquecendo o solvente durante uma titulação com uma célula de titulação revestida opcional e um circulador de água.

Amostras sólidas são adicionadas à célula de titulação, removendo a tampa da amostra. A quantidade de amostra sólida adicionada pode ser inserida no **HI933** como uma massa ou pelo número de peças se, por exemplo, comprimidos forem analisados. A maneira mais precisa de determinar a massa da amostra adicionada à célula pode ser obtida por uma técnica analítica chamada retropesagem. A retropesagem consiste nas seguintes etapas:

- Medir a massa de uma amostra em um prato de pesagem.
- Iniciar a sequência de titulação no **HI933** usando a tecla de opção 'start analysis' a partir do modo standby. A tela "Adicionar Amostra" será exibida.
- Deslizar o conector de amostra para fora da tampa do recipiente para abrir a porta de amostra.
- Adicionar rapidamente a amostra através da porta de amostras, assegurando que TODA a amostra seja transferida para o solvente. Evite que a amostra entre em contato com as paredes ou a tampa da célula.
- Recolocar o conector de amostra na tampa do recipiente.
- Determinar a massa do prato de pesagem "vazio".
- Calcular a massa da amostra adicionada (subtrair a massa do prato de pesagem vazio da massa do prato de pesagem cheio).
- Inserir a massa calculada da amostra no **HI933**.
- Iniciar a titulação usando a tecla de opção 'start analysis' na tela de adição de amostra.

Deve-se ter o cuidado de adicionar uma amostra sólida o mais rápido possível, a fim de minimizar a quantidade de tempo em que a porta da amostra fica aberta. Também é importante ter certeza de que toda a amostra atinge o solvente e não faz contato com, ou gruda, os lados internos da tampa do recipiente. Perder mesmo uma pequena fração da massa da amostra resultará em um alto teor de umidade na amostra.


Em alguns casos, amostras sólidas podem exigir uma das etapas preparatórias adicionais listadas nas seções que se seguem. Instruções específicas de preparo de amostras estão incluídas em cada método padrão.

8.3.4. AMOSTRAS LÍQUIDAS

Como no caso dos sólidos, a umidade contida nas amostras líquidas deve estar disponível para reagir com o titulante. É importante selecionar um sistema ou mistura de solvente com o qual a amostra seja misturável.

Os líquidos são normalmente adicionados através do septo na porta da amostra através de uma seringa e agulha, utilizando as seguintes etapas:

- Encaixe uma agulha longa (aproximadamente 6 cm de comprimento, calibre 21) a uma seringa suficientemente grande para segurar pelo menos um volume completo de amostra.
- Lave a seringa e a agulha com a amostra várias vezes, retirando uma pequena porção da amostra, estendendo completamente o êmbolo, agitando para revestir o interior da seringa e expulsando a amostra para um recipiente de coleta de resíduos.
- Puxe amostra suficiente para dentro da seringa para pelo menos uma titulação.
- Seque a parte externa da agulha com um pano ou tecido sem fiapos.
- Determine a massa da seringa e da amostra.
- Inicie uma titulação a partir do modo standby pressionando a tecla de opção "iniciar análise".

- Insira a agulha através do septo na porta da amostra. Empurre a seringa através do septo até que a extremidade da agulha esteja a aproximadamente 1 cm da superfície do solvente.
- Distribua firmemente o conteúdo da seringa assegurando que a amostra seja introduzida diretamente no solvente e não espirre ou salpique na parede do eletrodo, do recipiente de titulação ou da ponta de distribuição.
- Puxe uma pequena quantidade de ar de dentro da célula para dentro da seringa para garantir que nenhuma gota de amostra permaneça na ponta da agulha.
- Remova a seringa e a agulha do septo tomando cuidado para não tocar a agulha no solvente ou em outros componentes internos da célula.
- Determine a massa da seringa e da agulha.
- Calcule a massa da amostra adicionada à célula de titulação (subtraia a massa da seringa depois que a amostra foi adicionada da massa da seringa antes da adição da amostra).
- Insira a massa calculada da amostra no **HI933**.
- Inicie a titulação usando a tecla de opção  na tela de adição de amostra.

Como indicado acima, ao adicionar uma amostra líquida com uma agulha e seringa, é importante que a amostra seja introduzida diretamente no solvente. A amostra que é depositada nas laterais do recipiente ou em outros componentes internos da célula não pode ser titulada com o resto da amostra. É igualmente importante que não fiquem gotas na ponta da agulha. As “gotas suspensas” vão parar no fundo do septo. Isto resultará em falsos resultados baixos para a determinação.

Amostras líquidas com alta viscosidade como mel podem ser adicionadas através de uma seringa sem agulha através da porta da amostra seguindo as etapas descritas acima.

Em alguns casos, amostras líquidas podem requerer uma das etapas preparatórias adicionais listadas nas seções que se seguem. Instruções específicas de preparo de amostras estão incluídas em cada método padrão.

8.3.5. TÉCNICAS DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRA

Enquanto muitas amostras podem ser introduzidas diretamente no recipiente de titulação (veja a seção **Adição de amostra**), outras requerem etapas preparatórias. É fundamental que as amostras não sejam contaminadas com umidade adicional ou percam umidade durante a fase de preparação.

As etapas necessárias para as técnicas mais comuns de preparação de amostras são descritas a seguir. Para instruções detalhadas específicas de aplicação, consulte as instruções incluídas com os métodos padrão aplicáveis.

O **HI933** oferece opções para o cálculo automático de amostras preparadas normalmente, utilizando extração externa e dissolução externa.

8.3.5.1. EXTRAÇÕES EXTERNAS

As extrações internas são realizadas utilizando a opção tipo de amostra “normal” dentro do “menu de parâmetros de amostra”. Este tipo de preparação de amostras é adequado para amostras sólidas que liberam sua água relativamente rápido (durante o tempo de agitação da pré-análise) e exibem uma solubilidade limitada ou inexistente nos solventes Karl Fischer. A extração interna deve ser usada preferencialmente em relação às técnicas de extração externa porque a água extraída é titulada imediatamente, o que favorece a extração completa pelo princípio de Le Chatlier.

Abaixo, um esboço do procedimento geral é apresentado:

- Adicione metanol ou um solvente apropriado à célula de titulação e pré-titule para secar.
- Ajuste o tempo de agitação da pré-análise para ser suficientemente longo para completar a extração. Os tempos ajustados apropriados serão específicos para a amostra e o solvente. Consulte um método padrão aplicável ou experimente aumentando o tempo de agitação na pré-análise e titulando as amostras até que o teor de umidade resultante não aumente mais.
- Reduza as amostras a um pó o mais fino possível para garantir que a umidade da amostra seja extraída rapidamente. Adicione a amostra ao recipiente de titulação usando o método de retropesagem.

8.3.5.2. DILUIÇÕES

É muito difícil adicionar com precisão quantidades muito pequenas de amostra ao recipiente de titulação. A fim de produzir resultados precisos e reproduzíveis, amostras com teor de umidade superior a 50% devem, portanto, ser diluídas com um solvente seco antes de serem introduzidas no vaso de titulação. As diluições são realizadas usando a opção do tipo “dissolução externa” de amostra.

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

Abaixo, um esboço do procedimento genérico de diluição é apresentado:

- Determine a massa de um frasco seco equipado com uma rolha de septo.
- Transfira aproximadamente 1 g de amostra para o frasco e pese a massa do frasco e da amostra juntos.
- Adicione 30 gramas de solvente de diluição ao frasco. Feche e misture o conteúdo do frasco.
- Determine o teor de umidade do solvente seco utilizado como diluente em uma titulação separada.
- Adicione a amostra diluída de acordo com as instruções para adicionar amostras líquidas nesta seção.

8.3.5.3. DISSOLUÇÃO EXTERNA

Dissoluções externas são recomendadas para titulações que requerem uma grande quantidade de amostra sólida solúvel devido à distribuição não homogênea de umidade ou ao teor muito baixo de umidade. A dissolução externa reduz o erro tipicamente associado à titulação de sólidos com baixo teor de umidade, coletando a umidade liberada por uma grande quantidade de amostra sólida, dissolvendo-a em uma quantidade relativamente pequena de solvente. Uma pequena porção do solvente pode então ser injetada no recipiente de titulação.

A preparação da amostra e a escolha de solvente ou de mistura de solvente é específica da amostra. Consulte um método padrão aplicável para detalhes de procedimento.

O **HI933** realizará os cálculos necessários automaticamente quando a “dissolução externa” for selecionada a partir do menu de tipo de amostra.

8.3.5.4. EXTRAÇÃO EXTERNA

A extração externa é recomendada para amostras sólidas insolúveis que liberam água lentamente.

O **HI933** realizará os cálculos necessários automaticamente quando a “extração externa” for selecionada a partir do menu de tipo de amostra.

Segue um esboço de um procedimento geral:

- Determine a massa de uma garrafa ou frasco de extração equipado com um septo.
- Adicione o solvente de extração ao frasco e determine a massa do frasco e do solvente. A fim de maximizar a eficácia da extração, o teor de umidade do solvente deve ser o mais baixo possível. Ao escolher um solvente de extração, deve-se considerar cuidadosamente o limite de saturação da água para um possível solvente.
- Determine o teor de umidade do solvente.
- Determine a massa do solvente restante na garrafa de extração.
- Adicione uma amostra finamente triturada ao solvente no frasco de extração. A quantidade de amostra adicionada deve ser suficientemente grande para que a quantidade de água na amostra seja muito maior do que a do solvente antes da extração.
- Facilite a extração agitando a solução ou colocando a solução em uma placa agitadora ou em um sonicador.
- Deixe a porção insolúvel da amostra assentar no fundo da garrafa de extração.
- Titule uma amostra de tamanho apropriado do sobrenadante (solvente acima da amostra sólida assentada).

8.3.5.5. HOMOGENIZAÇÃO

A homogeneização é recomendada para amostras líquidas não aquosas ou de fase mista, bem como para amostras sólidas com distribuições não homogêneas de água. A água pode ser distribuída uniformemente por uma amostra coletada através do uso de misturadores de alta velocidade e alto cisalhamento chamados homogeneizadores.

Em amostras não aquosas em 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 da garrafa da amostra. Isto é particularmente problemático quando a amostragem é feita a altas temperaturas e a amostra é posteriormente deixada esfriar 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 para amostras semissólidas e suspensões e é o único método que pode perturbar as células vegetais e teciduais a fim de liberar água presente no interior das células. A homogeneização é tipicamente realizada externamente em um frasco seco com a adição de um solvente adequado, de preferência metanol.

8.3.5.6. AQUECIMENTO

O aquecimento de amostras é utilizado para a análise de amostras sólidas ou líquidas que não podem ser extraídas ou que interferem com a reação de Karl Fischer. Estes incluem plásticos, minerais, produtos petroquímicos que contêm aditivos e materiais de partida para produtos farmacêuticos.

As amostras são aquecidas em um forno especial enquanto um fluxo seco de gás transportador passa através da câmara da amostra ou, para amostras líquidas, a própria amostra. O gás transportador é introduzido no recipiente de titulação. A temperatura de aquecimento é específica da amostra e pode ser encontrada nos 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.

8.4. SISTEMA DE REAGENTE KARL FISCHER

Existe hoje no mercado uma grande variedade de reagentes Karl Fischer, cada um projetado e formulado para matrizes de amostras e condições de titulação específicas. Os sistemas de reagentes Karl Fischer consistem em um solvente e um titulante. O solvente é o líquido ao qual a amostra é adicionada no recipiente de reação. O titulante é o líquido contendo iodo bombeado para a célula durante a titulação.

8.4.1. CLASSIFICAÇÃO DOS SISTEMAS DE REAGENTES

Os sistemas de reagentes são classificados como de um ou dois componentes, dependendo se o dióxido de enxofre e a base estão incluídos no titulante ou com o solvente. Em sistemas de um componente também conhecidos como compostos, o titulante contém todos os reagentes necessários para conduzir a titulação (iodo, dióxido de enxofre e uma base) dissolvidos em um álcool ou éter. Em um sistema de reagente de dois componentes, o solvente já contém o dióxido de enxofre e a base enquanto o titulante é tipicamente uma solução que consiste de iodo e metanol.

8.4.1.1. SISTEMAS DE REAGENTES DE UM COMPONENTE

Os reagentes de um componente são menos estáveis do que sistemas de dois componentes, normalmente tendo apenas dois anos de validade, mas eles oferecem várias vantagens significativas. A principal vantagem é que o titulante está fornecendo o dióxido de enxofre e a base. O fornecimento constante de componentes de reação do titulante permite um alto nível de flexibilidade em relação à composição química do solvente e fornece uma capacidade quase ilimitada de solvente para água. Sistemas de solvente de um componente podem ser facilmente personalizados, criando misturas especialmente adaptadas às características específicas da amostra sem ter que se preocupar em fornecer níveis

adequados de dióxido de enxofre e componentes buffer. As misturas de solventes comuns incluem etanol, clorofórmio, xileno, tolueno e álcoois de cadeia longa, como o hexanol e o decanol.

8.4.1.2. SISTEMAS DE REAGENTES DE DOIS COMPONENTES

Os reagentes de dois componentes têm suas próprias vantagens. Eles são mais estáveis e têm uma validade mais longa do que os sistemas de um componente. O dióxido de enxofre é pré-misturado em excesso com um solvente à base de álcool, portanto, os ésteres de sulfito reativos necessários estão presentes em grande excesso antes do início de uma titulação. Isto resulta em maior velocidade de titulação e maior precisão para baixos níveis de umidade. Além disso, ter a base presente em excesso no solvente antes da adição da amostra resulta em uma maior capacidade tampão de solvente.

8.4.1.3. REAGENTES PARA ALDEÍDOS E CETONAS

A adição de uma amostra contendo aldeídos ou cetonas a um solvente Karl Fischer à base de metanol resulta em reações laterais que afetam negativamente os resultados da titulação. Quando os álcoois reagem com os grupos carbonílicos de aldeídos e cetonas, eles formam acetais e cetálicos através de uma reação que libera umidade. A geração de umidade durante uma titulação inflaciona falsamente os resultados do teor de água e pode levar ao desaparecimento de pontos finais.

Enquanto as cetonas são menos reativas que os aldeídos, a reatividade de ambas as espécies é inversamente proporcional ao comprimento da cadeia carbonílica. A formação de acetais e cetálicos também depende do tipo de álcool incluído no solvente. Conforme o comprimento da cadeia de um grupo de alquil de álcool ou de alquil substituinte aumenta, a reatividade do álcool em relação às cetonas e aldeídos diminui (ou seja, o metanol é o mais reativo). A formação de acetais ou cetálicos pode ser evitada pelo uso de reagentes livres de metanol especialmente produzidos para este fim. Reagentes para análise de aldeídos e cetonas substituem o metanol por álcoois superiores, éteres, alcanos halogenados ou combinações similares.

8.4.2. ESCOLHER E MODIFICAR UM SOLVENTE

O solvente desempenha um papel importante na titulação KF. Ele deve reagir com dióxido de enxofre para formar as espécies reativas de sulfito de metila, dissolver a amostra e/ou extrair umidade, e deve ajudar a evitar a ocorrência de reações laterais. O solvente mais comum é o metanol. Os co-solventes podem ser adicionados para aumentar a solubilidade da amostra em solventes de um componente, desde que a mistura contenha pelo menos 20 - 30% de metanol. Em um sistema de reagentes de dois componentes, 50% de solvente para sistema de dois componentes e 50% de co-solvente podem ser usados. Isto assegura que haja dióxido de enxofre e base suficiente para que a reação Karl Fischer ocorra. Em geral, um solvente deve ser escolhido de acordo com a composição da amostra.

Gorduras, óleos e hidrocarbonetos de cadeia longa têm solubilidade limitada no metanol. Devem ser utilizados co-solventes de álcoois de cadeia longa (n-decanol) ou clorofórmio.

Carboidratos e proteínas têm solubilidade pobre em metanol, formol pode ser usado como co-solvente. A análise de ácidos ou bases pode colocar o pH fora da faixa ideal e pode ser necessário um tamponamento adicional; um reagente "buffer" Karl Fischer pode ser adicionado ou um imidazol extra pode ser adicionado para amostras ácidas e ácido salicílico pode ser adicionado ao solvente para amostras básicas. Para análise de cetonas ou aldeídos, o metanol pode ser substituído por reagentes especiais "K" que contenham misturas incluindo 2-cloroetanol, clorofórmio, etanol ou 1-metóxi-2-propanol.

8.4.3. PADRÕES DE UMIDADE

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

O padrão de umidade mais comumente utilizado para titulação volumétrica Karl Fischer é o tartarato de sódio di-hidratado. Disponível como um pó altamente purificado, não higroscópico, o tartarato de sódio di-hidratado tem um teor estável de água de $15,66 \pm 0,05\%$. O composto é, entretanto, moderadamente solúvel em metanol, exigindo pelo menos 3 minutos de agitação para a dissolução completa.

Se for necessária alta precisão ou rastreabilidade NIST, os padrões de umidade selados em ampolas de vidro também estão disponíveis comercialmente. Embora sejam mais caros, os padrões selados vêm pré-analisados e certificados pelo fabricante e estão disponíveis em uma ampla variedade de concentrações.

O analista experiente também pode utilizar como padrão volumes muito pequenos de água deionizada. Devido à natureza muito sensível à água de uma titulação Karl Fischer, apenas alguns miligramas de água são necessários para uma típica padronização ou verificação do sistema. Portanto, é necessária muita habilidade na determinação da massa da água introduzida no recipiente de titulação a fim de se obter resultados altamente precisos.

8.4.4. PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE

A padronização do titulante, ou determinação do título, é uma rotina e parte necessária das análises precisas de Karl Fischer. O titulante deve ser padronizado diariamente para maior precisão. A padronização serve para padronizar a combinação de parâmetros selecionados como parte de um método particular e serve como uma verificação do sistema. Recomenda-se que o titulante seja padronizado novamente se o método a ser usado para uma análise for muito diferente do que foi usado para padronizar o titulante inicialmente. O titulante pode ser padronizado utilizando sal hidratado, padrões de umidade líquida ou pequenas quantidades de água pura.

Um procedimento geral para a padronização do titulante.

- Configure o titulador de acordo com o manual de instruções. Certifique-se de que o titulador esteja montado com os mesmos reagentes, solventes, condições de trabalho, temperatura e configurações do titulador a serem usados para análises de amostras subsequentes.
- Selecione o método de padronização apropriado incluído no [HI933](#).

Usando um Padrão de Tartarato de Sódio Di-hidratado:

- Pese entre 30 e 200 mg de padrão. Certifique-se de que o sal seja um padrão de alta qualidade, que tenha sido armazenado adequadamente e exista como um pó fino e de fluxo livre.
- Repita a padronização pelo menos três vezes e atualize a concentração do titulante usando o valor médio do resultado por meio da tela de estatísticas se a variabilidade entre as padronizações for pequena.

Se estiver usando um Padrão de Umidade Líquida Preparada (Ampola):

- Abra uma ampola de padrão. Enxágue uma seringa com uma pequena porção de solução padrão.
- Puxe o restante do padrão na seringa, pese e titule cerca de um terço do padrão na seringa.
- Realize mais duas padronizações com o padrão restante na seringa.
- Revise o conjunto de resultados na tela de estatísticas de “média de resultados”. A concentração do titulante deve ser atualizada com a média de resultados, desde que não haja variabilidade excessiva entre os resultados da padronização.

Se estiver usando padrões de água pura:

- Puxe aproximadamente $10 \mu\text{L}$ de água pura em uma seringa de microlitro de vidro.
- Introduza o padrão de água por meio de pesagem reversa em balança analítica com resolução de 0,01 mg. Devido ao tamanho extremamente pequeno da amostra, é importante seguir rigorosamente o procedimento para a adição de amostras líquidas descritas na seção “Amostras líquidas” acima.
- Revise o conjunto de resultados na tela de estatísticas “média de resultados”. A concentração do titulante deve ser atualizada com a média de resultados, desde que não haja variabilidade excessiva entre os resultados da padronização.

9. ACESSÓRIOS

9.1. TITULANTES

9.1.4.3.1. TITULANTES DE UUM COMPONENTE

- Honeywell® HYDRANAL™ - Composite 1 (Catalog Number 34827)
HYDRANAL™ - Composite 2 (Catalog Number 34806)
HYDRANAL™ - Composite 5 (Catalog Number 34805)
HYDRANAL™ - Composite 5 K (Catalog Number 34816)
- GFS Chemicals® Watermark® - Single Solution, 2 mg/mL (Catalog Number 1601)
Watermark® - Non-Hazardous Single Solution, 2 mg/mL (Catalog Number 1894)
Watermark® - Single Solution, 5 mg/mL (Catalog Number 1600)
Watermark® - Non-Hazardous Single Solution, 5 mg/mL (Catalog Number 1893)
Watermark® - Methanol Based, 5 mg/mL (Catalog Number 1616)
- J.T. Baker® Hydra-Point™ - Composite 2 (Catalog Number 8891)
Hydra-Point™ - Composite 5 (Catalog Number 8890)
Hydra-Point™ - Composite 5K (Catalog Number 8892)

9.1.4.3.2. TITULANTES DE DOIS COMPONENTES

- Honeywell® HYDRANAL™ - Titrant 2 (Catalog Number 34811)
HYDRANAL™ - Titrant 2 E (Catalog Number 34723)
HYDRANAL™ - Titrant 5 (Catalog Number 34801)
HYDRANAL™ - Titrant 5 E (Catalog Number 34732)
- GFS Chemicals® Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 0.5 mg/mL (Catalog Number 1970)
Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 1 mg/mL (Catalog Number 1602)
Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 2 mg/mL (Catalog Number 1603)
Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 5 mg/mL (Catalog Number 1604)
- J.T. Baker® Hydra-Point™ - Composite 2 (Catalog Number 8845)
Hydra-Point™ - Composite 5 (Catalog Number 8844)

9.2. SOLVENTES

9.2.4.3.1. SOLVENTES DE UM COMPONENTE

- Honeywell® HYDRANAL™ - Methanol Dry (Catalog Number 34741)
HYDRANAL™ - Methanol Rapid (Catalog Number 37817)
HYDRANAL™ - CompoSolver E (Catalog Number 34734)
HYDRANAL™ - Solver (Crude) Oil (Catalog Number 34697)
HYDRANAL™ - LipoSolver CM (Catalog Number 37855)
HYDRANAL™ - LipoSolver MH (Catalog Number 37856)
HYDRANAL™ - Medium K (Catalog Number 34698)
HYDRANAL™ - KetoSolver (Catalog Number 34738)
HYDRANAL™ - Working Medium K (Catalog Number 34817)
HYDRANAL™ - Karl Fischer Reagent (Catalog Number 36115)

- GFS Chemicals® Watermark® - General Purpose Solvent (Catalog Number 1610)
 Watermark® - Methanol Solvent (Catalog Number 1609)
 Watermark® - Ketone/Aldehyde Solvent (Catalog Number 5322)
 Watermark® - Oils Solvent (Catalog Number 2978)
 Watermark® - Methyl Alcohol - KF Grade (Catalog Number 3569)
- J T Baker® Hydra-Point™ - Methanol Dry (Catalog Number 8898)w

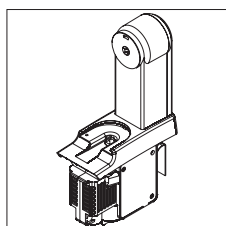
9.2.4.3.2. SOLVENTES DE DOIS COMPONENTES

- Honeywell HYDRANAL™ - Solvent (Catalog Number 34800)
 HYDRANAL™ - Solvent E (Catalog Number 34730)
 HYDRANAL™ - Solvent CM (Catalog Number 34812)
 HYDRANAL™ - Solvent Oil (Catalog Number 34749)
- GFS Chemicals® Watermark® - General Purpose Solvent (Catalog Number 1610)
 Watermark® - Methanol Free Solvent (Catalog Number 1609)
 Watermark® - Buffer (Catalog Number 1615)
 Watermark® - KF Solvent for Oil (Catalog Number 2991)
- J.T. Baker® Hydra-Point™ - Solvent G (Catalog Number 8855)

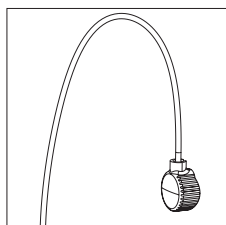
9.3. PADRÕES

- Honeywell® HYDRANAL™ - Standard Sodium Tartrate Dihydrate (Catalog Number 34696)
 HYDRANAL™ - Water Standard 10.0 (Catalog Number 34849)
 HYDRANAL™ - Water Standard 1.0 (Catalog Number 34828)
 HYDRANAL™ - Water Standard 0.1 (Catalog Number 34847)
- GFS Chemicals® Watermark® - Sodium Tartrate (Catalog Number 805)
 Watermark® - 10 mg/g (Catalog Number 2303)
 Watermark® - 5.00 mg/g (Catalog Number 2304)
 Watermark® - 1.00 mg/g (Catalog Number 2302)
 Watermark® - 0.50 mg/g (Catalog Number 3493)
 Watermark® - 0.100 mg/g (Catalog Number 2301)
 Watermark® - 0.050 mg/g (Catalog Number 2311)

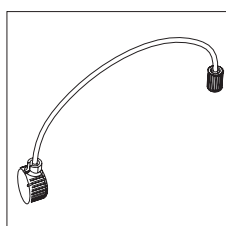
9.4. COMPONENTES DO TITULADOR



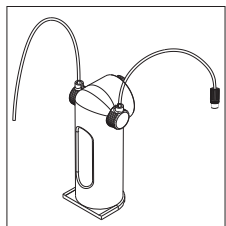
Conjunto da Bomba
HI930100



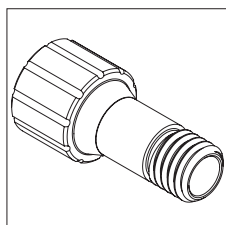
Mangueira de Aspiração
HI900570S



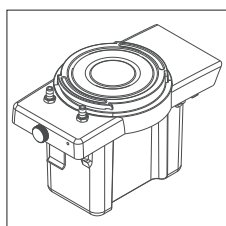
Mangueira e Conexão de
Distribuição
HI900580S



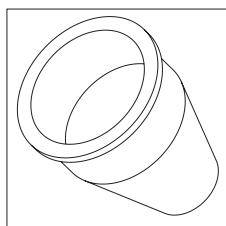
Conjunto da Bureta de 5 mL
HI930505



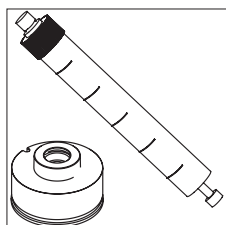
Ferramenta para Remoção
da Tampa da Bureta
HI900942



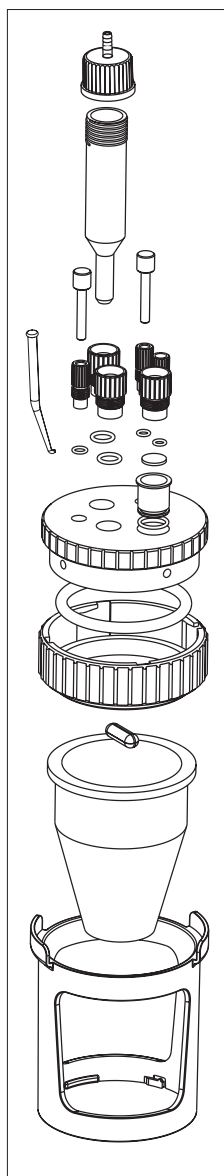
Bomba de Ar e Agitador
Magnético para HI933/
HI934
HI930180



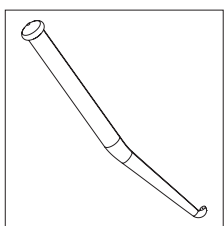
Béquer para HI903/HI933
HI900522



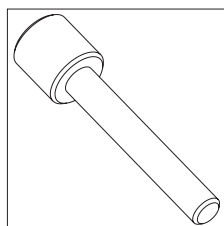
Seringa de 5 mL
HI900205



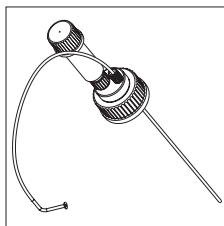
Conjunto do Béquer
HI930520



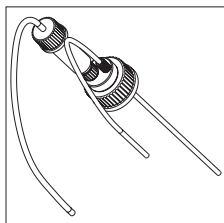
Ponta de Distribuição (2 unid.)
HI900523



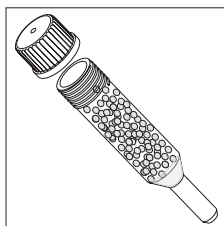
Plugues da Porta de Solvente
(2 unid.)
HI900528



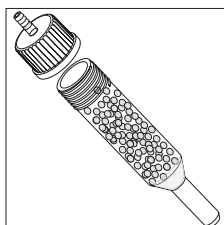
Conjunto da Tampa do
Frasco do Titulante
HI900530



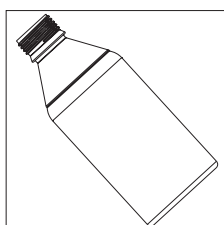
Conjunto da Tampa do
Frasco de Solvente/
Resíduos
HI900531



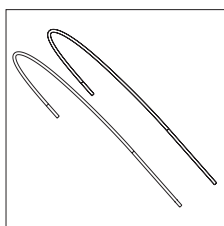
Cartucho Dessecante para
Béquer de Titulação ou
Frasco de Titulação
HI900532



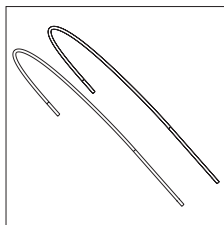
Cartucho Dessecante para
Solvente ou Frasco de
Resíduos
HI900533



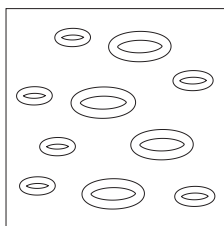
Frasco de Resíduos
HI900534



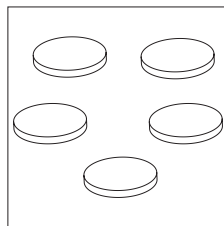
Mangueira para Manuseio
de Solvente/Resíduos (2
unid.)
HI900535



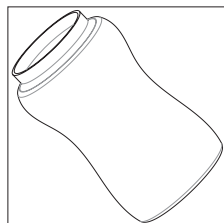
Mangueira para Bomba de
Ar (2 unid.)
HI900536



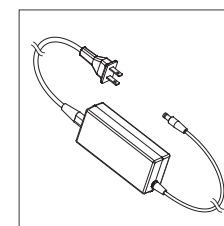
Kit de O-Rings
HI900540



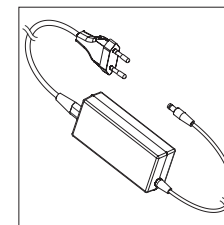
Septo (5 pcs.)
HI900527



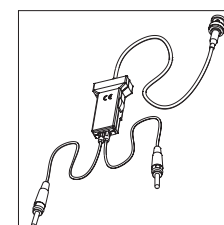
Dessecante, 250 g
HI900550



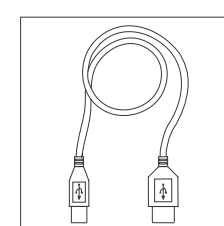
Adaptador de Energia
(Plug Americano)
HI900946



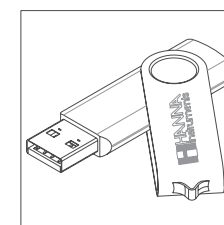
Adaptador de Energia
(Plug Europeu)
HI900947



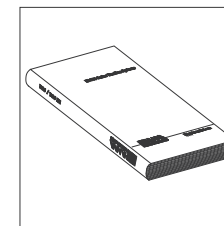
Chave de Calibração
HI900941



Cabo USB
HI920013



Dispositivo USB
HI930900U



Fichário Manual de Instruções
HI930803

PARTE 3:

APLICAÇÕES



HI8001EN PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE 5.0 mg/mL COM PADRÃO DE UMIDADE

Titulante de Um Componente

DESCRIÇÃO

Método para padronização (determinação de título) de titulante Karl Fischer 5.0 mg/mL de um componente usando um Padrão Líquido de Umidade. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo com pino duplo de platina




REAGENTES

- Titulante volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Padrão líquido de umidade 10 mg/g
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- Seringa de 3 mL (seca e limpa)
- Uma agulha limpa e seca, de calibre 22, com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de solvente, rosca GL45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Monte o vaso de titulação de acordo com o manual de instruções.
- Instale uma bureta de 5 mL cheia com titulante volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente para ser padronizado e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Caso necessário, echna até que todo ar tenha sido removido completamente.
- Pressione  na tela inicial. Use as setas para destacar *HI8001EN 5mg/mL Padrão c/ padrão umidade* e pressione .
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para a próxima etapa.

ANÁLISE

- Encha a seringa e agulha com o padrão de umidade.
- Pese a seringa, agulha e padrão de umidade.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Despeje 1.00 g (cerca de 1 mL) de padrão no vaso de titulação pelo septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do vaso de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Remova a agulha do vaso de titulação e pese a seringa novamente para determinar a quantidade exata de padrão adicionado (pela diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e pressione  para iniciar a análise.
- No final da titulação, a tela de **Resultados da Padronização** é exibida. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: 5mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 25 %
 Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 10 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 10.0000 mg/g
 Standard Size: 1.0000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 10.0000 mg/g
 Standard mass: 1.0000 g [w/w]

$$\text{mg/mL} = \frac{10.0000 \times 1.0000}{V}$$

RESULTADOS

Titration Report
 Method Name: 5mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 1.0000 g
 Standard Conc.: 10.0000 mg/g
 Drift Value: 5.4 µg/min
 End Point Volume: 2.0341 mL
 Result: 4.9276 mg/mL
 Titration Duration: 4:19 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 55.88 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8002EN PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE DE 2.0 mg/mL COM PADRÃO LÍQUIDO DE UMIDADE

Titulante de um componente

DESCRIÇÃO

Método para a padronização de titulante Karl Fischer 2.0 mg/mL de um componente usando um padrão líquido de umidade. Os resultados são expressos em **mg/mL**.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante volumétrico Karl Fischer 2 mg/mL de um componente
- Padrão líquido de umidade 1 mg/g
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- seringa de 3 mL (limpa e seca)
- Uma agulha limpa e seca, de calibre 22, com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com Titulante volumétrico Karl Fischer 2 mg/mL de um componente a ser padronizado e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8002EN 2mg/mL Stdz w/ water std* e pressione .
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com o padrão de umidade.
- Pese a seringa, a agulha e o padrão de umidade.
- Pressione  Insira o tamanho da amostra.
- Dispense 2.00 g (cerca de 2 mL) de padrão no vaso de titulação através do septo, usando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do vaso de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Remova a agulha do vaso de titulação e pese a seringa novamente para determinar a quantidade exata de padrão adicionado (pela diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e pressione  para iniciar a análise.
- No final da titulação, a tela de Resultados da Padronização é exibida. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: 2mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predisensing Amount: 25 %
 Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 1.0 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 1.0000 mg/g
 Standard Size: 2.0000 g
 Titrant: Composite 2
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 1.0000 mg/g
 Standard mass: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$

RESULTADOS

Method Name: 2mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 2.0000 g
 Standard Conc.: 1.0000 mg/g
 Drift Value: 5.0 µg/min
 End Point Volume: 1.0496 mL
 Result: 1.9103 mg/mL
 Titration Duration: 5:10 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 60.11 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8003EN PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE DE 1.0 mg/mL COM PADRÃO DE UMIDADE

Titulante de um componente

DESCRIÇÃO

Método para a padronização de titulante Karl Fischer 1.0 mg/mL de um componente usando um padrão líquido de umidade. Os resultados são expressos em **mg/mL**.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente
- padrão líquido de umidade 1 mg/g
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- Uma seringa de 3 mL limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, de calibre 22, com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com Titulante volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente a ser padronizado e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8003EN 1mg/mL Stdz w/ water std* e pressione .
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com o padrão de umidade.
- Pese a seringa, a agulha e o padrão de umidade.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra.
- Dispense 2.00 g (cerca de 2 mL) de padrão no vaso de titulação através do septo, usando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do vaso de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Remova a agulha do vaso de titulação e pese a seringa novamente para determinar a quantidade exata de padrão adicionado (pela diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e pressione  para iniciar a análise.
- No final da titulação, a tela de Resultados da Padronização é exibida. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: 1mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predisensing Amount: 25 %
 Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 1.0 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 1.0000 mg/g
 Standard Size: 2.0000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 2.000 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 1.0000 mg/g
 Standard mass: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$

RESULTADOS

Method Name: 1mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 2.0000 g
 Standard Conc.: 1.0000 mg/g
 Drift Value: 5.0 µg/min
 End Point Volume: 1.8528 mL
 Result: 1.0824 mg/mL
 Titration Duration: 5:30 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 64.20 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8011EN PADRONIZAÇÃO DE TITULANTE DE 5.0 mg/mL COM TARTARATO DE DISSÓDIO

Titulante de um componente

DESCRIÇÃO

Método para a padronização de titulante Karl Fischer 5.0 mg/mL de um componente usando um Padrão de água dihidratada de tartarato dissódico. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Tartarato Dissódico Dihidratado, 15.66% H₂O (w/w)
- Metanol seco
- Formamida seca



ACESSÓRIOS


- Prato de pesagem (limpo e seco)
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE



- Prepare cerca de 200 mL de solvente. Adicione 2:1 de metanol seco e formamida seca ao frasco de solvente.

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente a ser padronizado e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou no tubo. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/ tartrate* e pressione .
- Dispense solvente suficiente da garrafa de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).

- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Adicione 0.050 g a 0.100 g de padrão de tartarato no prato de pesagem.
- Pese o prato de pesagem e o padrão de tartarato.
- Pressione  Insira o tamanho da amostra.
- Remova rapidamente o plugue da porta de amostra do conjunto do béquer, despeje o tartarato no vaso de titulação e coloque o plugue na porta de amostra.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Pese o prato de pesagem novamente para determinar a quantidade exata de padrão adicionado (pela diferença das duas medições).
- Use o teclado numérico para inserir o peso exato e pressione  para iniciar a análise.
- No final da titulação a tela de Resultados de Padronização é exibida. Os resultados são exibidos em **mg/mL**.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: 5mg/mL Stdz w/tartrate
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 15 %
 Pre-Analysis Stir Time: 30 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: MeOH Form. 2:1
 Standard: Sodium Tartrate
 Type: Solid by mass
 Concentration Unit: %
 Water Content: 15.66 %
 Standard Size: 0.1000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 2.000 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 15.66 %
 Standard mass: 0.1000 g[W/W]

$$\text{mg/mL} = \frac{0.1000 \times 0.1566 \times 1000}{V}$$

RESULTADOS

Method Name: 5mg/mL Stdz w/tartrate
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 0.1000 g
 Standard Conc.: 15.66 %
 Drift Value: 4.0 µg/min
 End Point Volume: 3.1333 mL
 Result: 5.0329 mg/mL
 Titration Duration: 8:48 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 69.26 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8101EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM CREME DE LEITE

DESCRIÇÃO

Método para determinação de umidade em creme de leite. Os resultados são exibidos em **% de massa** e devem estar entre 70 e 80 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTS

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco
- Formamida seca



ACESSÓRIOS


- Seringa de 1 mL (limpa e seca)
- Uma agulha limpa e seca, de calibre 22, com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE



- Prepare pelo menos 200 mL de solvente. Adicione 2 partes clorofórmio seco, 2 partes metanol seco e 1 parte formamida seca ao frasco de solvente.

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de solvente de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8101EN Moisture in Dairy Cream* e pressione .

- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std ou HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com a amostra.
- Pese a seringa, a agulha e o creme de leite.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.020 g a 0.025 g de creme de leite no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do vaso de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela de **Resultados**. Os resultados são expressos em **% de massa**.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Dairy Cream
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 30 %
 Pre-Analysis Stir Time: 30 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Cream Solvent
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Dairy Cream
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0250 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 15.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0250 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.025 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture in Dairy Cream
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0241 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.7 µg/min
 End Point Volume: 3.4567 mL
 Result: 71.5481 %
 Titration Duration: 8:36 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 65.72 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8102EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM LEITE

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em leite. Os resultados são expressos em **% de massa** e devem estar entre 80 e 95 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- Uma seringa limpa e seca de 1 mL
- Uma agulha limpa e seca, de calibre 22, com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8102EN Moisture in Milk* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* ou *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com a amostra.
- Pese a seringa, a agulha e o leite.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.015 g a 0.020 g de leite no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o vaso de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do vaso de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em **% de massa** de umidade.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Milk
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 30 %
 Pre-Analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol

Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Milk
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g

Titration:
 Titration Type: Composite 5
 Titration Type: one-component
 Nominal Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titration Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titration Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 15.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titration units: mg/mL
 Titration volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titration concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0200 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture in Milk
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0188 g
 Std. Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.5 µg/min
 End Point Volume: 3.2614 mL
 Result: 86.5886 %
 Titration Duration: 6:18 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 60.03 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8103EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MEL

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em mel. Os resultados são expressos em **% de massa** e devem estar entre 15 e 20%.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante Volumétrico KF 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- Uma seringa limpa e seca de 1 mL, sem agulha
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente a ser padronizado e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8103EN Moisture in Honey* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* ou *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa com a amostra.
- Pese a seringa, a agulha e o mel.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Remova o plugue da porta de amostra e dispense de 0.050 g a 0.100 g de mel (cerca de 2 a 3 gotas pequenas) no vaso de titulação através da porta de amostra. Coloque o plugue da porta de amostra o mais rápido possível para evitar que umidade entre no béquer de titulação.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em **% de massa** de umidade.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Honey
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-Analysis Stir Time: 60 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol

Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Honey
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.1000 g

Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.1000 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.1000 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture in Honey
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0916 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 3.8 µg/min
 End Point Volume: 3.4523 mL
 Result: 17.2345 %
 Titration Duration: 7:06 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 57.16 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8104EN DETERMINAÇÃO DA UMIDADE SUPERFICIAL EM AÇÚCAR BRANCO

DESCRIÇÃO

Método para a determinação do teor de umidade superficial em açúcar branco. Os resultados são expressos em ppm e devem estar entre 250 e 350 ppm.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco




ACESSÓRIOS

- Um prato de pesagem, seco e limpo
- Frasco de solvente, rosca GL45

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE



- Prepare pelo menos 200 mL de solvente. Adicione 2 partes clorofórmio seco e 1 parte metanol seco ao frasco de solvente.

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de solvente de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8104EN Surface Moisture - Sugar* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8003EN 1mg/mL Stdz w/water std.*
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de

deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha o prato de pesagem com 7.5 a 10.0 g de amostra.
- Pese o prato e a amostra.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Remova a porta de amostra e use o prato de pesagem para transferir a amostra sólida para o vaso de titulação. Coloque o plugue da porta de amostra o mais rápido possível para evitar que a umidade entre no béquer de titulação.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Pese novamente o prato de pesagem para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em ppm de umidade.
- Use um solvente novo a cada 2 ou 3 titulações.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Surface Moisture - Sugar
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-Analysis Stir Time: 120 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl₃ MeOH 2:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Sugar
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 7.5000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 20.0 µg/min
 Result Unit: ppm
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Calculations:
 Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: ppm
 Titrant concentration: 1.0000 mg/mL
 Sample mass: 7.5000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{7.500}$$

RESULTADOS

Method Name: Surface Moisture-Sugar
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 7.5231 g
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.7 µg/min
 End Point Volume: 2.4292 mL
 Result: 319 ppm
 Titration Duration: 4:42 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 62.4 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8105EN DETERMINAÇÃO DA UMIDADE EM ÓLEO DE COZINHA

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em óleo de cozinha. Os resultados são expressos em ppm e devem estar entre 200 e 800 ppm.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco



ACESSÓRIOS


- Uma seringa de 25 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 18", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE



- Prepare pelo menos 200 mL de solvente. Adicione parte iguais de clorofórmio seco e metanol seco ao frasco de solvente.

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de solvente de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 1 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8105EN Moisture in Cooking Oil* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8003EN 1mg/mL Stdz w/water std.*
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).

- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com amostra.
- Pese a seringa, agulha e o óleo.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 3.0 g a 5.0 g de óleo de cozinha no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em ppm de água.
- Use um solvente novo a cada 3 ou 4 titulações ou se uma separação de fases ocorrer.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Cooking Oil
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-Analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl₃ MeOH 1:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Oil
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 4.0000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Cautious
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: ppm
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Calculations:
 Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: ppm
 Titrant concentration: 1.0000 mg/mL
 Sample mass: 4.0000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{4.0000}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture in Cooking Oil
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 4.0296 g
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Drift Value: 3.4 µg/min
 End Point Volume: 2.6808 mL
 Result: 664 ppm
 Titration Duration: 6:30 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 58.11 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8106EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MANTEIGA

por Dissolução Externa

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em manteiga por dissolução externa. Os resultados são expressos em % de massa e devem estar entre 15 e 20 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco

ACESSÓRIOS

- Uma seringa de 1 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 22", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45
- 1 Frasco de dissolução de 100 mL com septo
- Agitador magnético e barra de agitação

PROCEDIMENTO DE DISSOLUÇÃO EXTERNA

- No frasco de dissolução externa com septo, adicione uma barra de agitação magnética. Pese o frasco e registre o valor.
- Adicione 15 g de metanol seco e 25 g de clorofórmio seco ao frasco e agite por um período de 15 a 20 minutos.
- Siga o Método *HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp* para determinar o teor de umidade na mistura de solvente.
- Insira a concentração da mistura de solvente pressionando e em seguida Sample Parameters e External Solvent Concentration. Use o teclado numérico para inserir a concentração exata. Pressione OU .
- Pese o frasco de dissolução para determinar o peso do solvente restante (subtraindo o valor do frasco vazia). Insira a massa exata, acesse Sample Parameters e External Solvent Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione OU .

- Adicione 2.0 a 4.0 g de manteiga ao frasco. Pese o frasco para determinar o peso exato da amostra dissolvida. Insira a massa exata, acesse Sample Parameters e Dissolved Sample Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione OU .
- Para dissolver a amostra, misture por 20 a 30 minutos. A solução resultante será usada para determinar o teor de umidade.


Nota: *Titule a solução imediatamente.*

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Pressione na tela principal. Use as teclas de seta para destacar HI8106EN Moisture in Butter e pressione .
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, prepare a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* ou *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.
- Pare de agitar o frasco de dissolução e permita que qualquer material particulado assente.

ANÁLISE


- Encha a seringa e a agulha com sobrenadante através do septo no frasco de dissolução.

- Pese a seringa, agulha e sobrenadante.
- Pressione  Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.500 g a 1.000 g de solução de amostra no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação.

PARÂMETROS DO MÉTODO

```
Name: Moisture in Butter
Method Revision: 1.1
Type: Sample Analysis
Predispensing Amount: None
Pre-Analysis Stir Time: 10 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Solvent: Methanol
Sample Parameters:
Sample Determ.: External Dissolution
Sample Name: Butter
Sample Size: 0.7500 g
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 3.0000 g
Titrant: Composite 5
Titrant Type: one-component
Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
Control Parameters:
Start Mode: Normal
Standby Mode: Enabled
Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
Imposed Current: 20 µA
Minimum Dose: 0.500 µL
Maximum Dose: 40.000 µL
Max Dosing Mode: Disabled
Timed Increment: 1 second
End Point Value: 180.0 mV
Signal Averaging: 3 Readings
Flow Rate: 10.0 mL/min
Termination Parameters:
Maximum Duration: 720 sec
Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
Term. Criterion: Relative Drift
Relative Drift: 15.0 µg/min
Result Unit: %
Significant Figures: XXXXX
```

Caso uma “gota pendurada” de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.

- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela Resultados Os resultados são expressos em % de massa de umidade.
- Troque o solvente após 10 ou 12 titulações.

CÁLCULOS

```
Titrant units: mg/mL
Titrant volume consumed: V (mL)
Final results units: % Mass
Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 3.0000 g
Sample mass: 0.7500 g
```

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

RESULTADOS

```
Method Name: Moisture in Butter
Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
Sample Size: 0.7841 g
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Drift Value: 4.6 µg/min
End Point Volume: 2.4497 mL
External Solvent Size: 38.4979 g
External Solvent Conc.: 0.0167 %
Extracted Sample Size: 3.1222 g
Result: 19.3903 %
Titration Duration: 6:54 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 61.0 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____
```

HI8107EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MARGARINA

por Dissolução Externa

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em margarina por dissolução externa. Os resultados são expressos em % de massa e devem estar entre 15 e 30 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina






REAGENTES



- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco

ACESSÓRIOS

- Uma seringa de 1 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 22", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45
- Frasco de dissolução de 100 mL com septo
- Agitador magnético e barra de agitação




PROCEDIMENTO DE DISSOLUÇÃO EXTERNA

- No frasco de dissolução externa com septo, adicione uma barra de agitação magnética. Pese o frasco e registre o valor.
- Adicione 20 g de metanol seco e 20 g de clorofórmio seco ao frasco e agite por um período de 15 a 20 minutos.
- Siga o Método *HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp.* para determinar o teor de umidade da mistura de solvente.
- Insira a concentração da mistura de solvente pressionando  e em seguida Sample Parameters e External Solvent Concentration. Use o teclado numérico para inserir a concentração exata, pressione  OU .
- Pese o frasco de dissolução para determinar o peso do solvente restante (subtraindo o valor do frasco vazia). Insira a massa exata, acesse Sample Parameters e External Solvent Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione  OU .

- Adicione 2.0 a 4.0 g de margarina ao frasco. Pese o frasco para determinar o peso exato da amostra dissolvida. Insira a massa exata, acesse Sample Parameters e Dissolved Sample Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione  OU .
- Para dissolver a amostra, misture por 20 a 30 minutos. A solução resultante será usada para determinar o teor de umidade.


Nota: *Titule a solução imediatamente.*

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO


- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8107EN Moisture in Margarine* e pressione .
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std ou HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.
- Pare de agitar o frasco de extração e permita que qualquer material particulado assente.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com o sobrenadante através do septo no frasco de dissolução.
- Pese a seringa, agulha e sobrenadante.

- Pressione . Insira o tamanho da amostra.
- Dispense de 0.500 g a 1.000 g do sobrenadante no vaso de titulação através do septo usando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma “gota pendurada” de padrão fique

na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.

- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela Resultados. Os resultados são expressos em **% de massa** de umidade.
- Troque o solvente após 12 ou 16 titulações.

PARÂMETROS DO MÉTODO

```
Name: Moisture in Margarine
Method Revision: 1.1
Type: Sample Analysis
Predispensing Amount: None
Pre-Analysis Stir Time: 10 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Solvent: Methanol
Sample Parameters:
  Sample Determ.: External Extraction
  Sample Name: Margarine
  Sample Size: 0.7500 g
  External Solvent Size: 40.0000 g
  External Solvent Conc.: 0.0100 %
  Extracted Sample Size: 3.0000 g
Titrant: Composite 5
  Titrant Type: one-component
  Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
  Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
Control Parameters:
  Start Mode: Normal
  Standby Mode: Enabled
  Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
  Imposed Current: 20 µA
  Minimum Dose: 1.00 µL
  Maximum Dose: 50.000 µL
  Max Dosing Mode: Disabled
  Timed Increment: 1 second
  End Point Value: 180.0 mV
  Signal Averaging: 3 Readings
  Flow Rate: 10.0 mL/min
Termination Parameters:
  Maximum Duration: 720 sec
  Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
  Term. Criterion: Relative Drift
  Relative Drift: 15.0 µg/min
Result Unit: %
Significant Figures: XXXXX
```

CÁLCULOS

```
Titrant units: mg/mL
Titrant volume consumed: V (mL)
Final results units: % Mass
Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 3.0000 g
Sample mass: 0.7500 g
```

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{1.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

RESULTADOS

```
Method Name: Moisture in Margarine
Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
Sample Size: 0.7402 g
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Drift Value: 4.1 µg/min
End Point Volume: 3.1402 mL
External Solvent Size: 39.9262 g
External Solvent Conc.: 0.0141 %
Extracted Sample Size: 3.1118 g
Result: 27.6339 %
Titration Duration: 5:30 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 64.4 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____
```

HI8108EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM MAIONESE

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em maionese por extração externa. Os resultados são expressos em % de massa e devem estar entre 40 e 60 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina






REAGENTES



- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco

ACESSÓRIOS

- Uma seringa de 1 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 22", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45
- Frasco de dissolução de 100 mL com septo
- Agitador magnético e barra de agitação

PROCEDIMENTO DE EXTRAÇÃO EXTERNA




- No frasco de dissolução externa com septo, adicione uma barra de agitação magnética. Pese o frasco e registre o valor.
- Adicione 40 g de metanol seco ao frasco e agite por 5 minutos.
- Siga o Método *HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp* para determinar o teor de umidade da mistura de solvente.
- Insira a concentração da mistura de solvente pressionando  e em seguida Sample Parameters e External Solvent Concentration. Use o teclado numérico para inserir a concentração exata, pressione  ou .
- Pese o frasco de extração para determinar o peso do solvente restante (subtraindo o valor do frasco vazio). Insira a massa exata, acesse Sample Parameters e selecione External Solvent Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione  ou .
- Adicione de 0.8 a 1.2 g de maionese ao frasco. Pese o frasco para determinar o peso exato da amostra dissolvida. Insira a massa exata, acesse Sample

Parameters e selecione Dissoluted Sample Size. Use o teclado numérico para inserir a massa exata, pressione  ou .


- Para dissolver a amostra, coloque a tampa e misture por 20 a 30 minutos. A solução resultante será usada para determinar o teor de umidade.

Nota: *Titule a solução imediatamente.*

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO


- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8108EN Moisture in Mayonnaise* e pressione .
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* ou *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.
- Pare a agitação da amostra no frasco de extração e espere para que as matérias particuladas se assentem.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com o sobrenadante através do septo no frasco de dissolução.
- Pese a seringa, agulha e o sobrenadante.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.

- Dispense de 0.500 g a 1.000 g de sobrenadante no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma “gota pendurada” de padrão fique

na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.

- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela de Resultados. Os resultados são expressos em **% de massa** de umidade.
- Troque o solvente a cada 12 ou 16 titulações.

PARÂMETROS DO MÉTODO

```
Name: Moisture in Mayonnaise
Method Revision: 1.1
Type: Sample Analysis
Predispensing Amount: None
Pre-Analysis Stir Time: 10 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Solvent: Methanol
Sample Parameters:
  Sample Determ.: External Extraction
  Sample Name: Mayonnaise
  Sample Size: 0.7500 g
  External Solvent Size: 40.0000 g
  External Solvent Conc.: 0.0100 %
  Extracted Sample Size: 1.0000 g
Titrant: Composite 5
  Titrant Type: one-component
  Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
  Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
Control Parameters:
  Start Mode: Normal
  Standby Mode: Enabled
  Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
  Imposed Current: 20 µA
  Minimum Dose: 0.500 µL
  Maximum Dose: 20.000 µL
  Max Dosing Mode: Disabled
  Timed Increment: 1 second
  End Point Value: 180.0 mV
  Signal Averaging: 3 Readings
  Flow Rate: 10.0 mL/min
Termination Parameters:
  Maximum Duration: 720 sec
  Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
  Term. Criterion: Relative Drift
  Relative Drift: 10.0 µg/min
Result Unit: %
Significant Figures: XXXXX
```

CÁLCULOS

```
Titrant units: mg/mL
Titrant volume consumed: V (mL)
Final results units: % Mass
Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 1.0000 g
Sample mass: 0.7500 g
```

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

RESULTADOS

```
Method Name: Moisture in Mayonnaise
Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
Sample Size: 0.7500 g
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Drift Value: 4.6 µg/min
End Point Volume: 2.2010 mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 1.0000 g
Result: 58.9770 %
Titration Duration: 7:18 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 60.0 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____
```

HI8201EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM SHAMPOO

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de água em shampoo. Os resultados são expressos em **% de massa** e devem estar entre 70 e 90 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco



ACESSÓRIOS

- Seringa de 1 mL (limpa e seca)
- Agulha calibre de 18", com 6" de penetração de septo não-corretivo (limpa e seca)
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com de Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8201EN Moisture in Shampoo* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* or *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com amostra.
- Pese a seringa, agulha e o shampoo.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.015 g a 0.020 g de shampoo no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. resultados são expressos em % de massa de umidade.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Shampoo
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 40 %
 Pre-Analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol

Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Shampoo
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g

Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 600 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture in Shampoo
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0200 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.4 µg/min
 End Point Volume: 3.2010 mL
 Result: 79.8207 %
 Titration Duration: 7:19 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 106.37 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8202EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM CREME PARA AS MÃOS

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em creme para as mãos. Os resultados são expressos em % de massa e devem estar entre 50 e 75 %.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina

REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco
- Clorofórmio seco



ACESSÓRIOS


- Uma seringa de 25 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 18", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PREPARAÇÃO DO SOLVENTE



- Prepare no mínimo 200 mL de solvente, adicionando 2 partes de clorofórmio seco para 1 parte de metanol seco em um frasco de solvente.

PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de solvente de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar HI8202EN Moisture in Hand Cream e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* ou *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense solvente suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).

- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Encha a seringa e a agulha com amostra.
- Pese a seringa, agulha e o creme.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.020 g a 0.025 g de creme no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em % de massa de umidade.

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Moisture in Hand Cream
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 40 %
 Pre-Analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl₃ MeOH 2:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Hand Cream
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Moisture Hand Cream
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0244 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.4 µg/min
 End Point Volume: 3.2915 mL
 Result: 67.3125 %
 Titration Duration: 6:48 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 53.47 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8301EN DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM SOLVENTE COM TITULANTE DE 5 mg/mL (UM COMP.)

Para Extração ou Dissolução Externa

DESCRIÇÃO

Método para a determinação de umidade em solvente de dissolução/extração usando Titulante de 5 mg/mL de Um Componente. Os resultados são expressos em **% de massa** e devem ser menores que 0.1%.

ELETRODO

- HI76320 Eletrodo de Pino Duplo de Platina




REAGENTES

- Titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente
- Metanol seco

ACESSÓRIOS



- Uma seringa de 1 mL, limpa e seca
- Uma agulha limpa e seca, calibre de 18", com 6" de penetração de septo não-corretivo
- Frasco de Solvente com rosca GL 45

PROCEDIMENTO DE TITULAÇÃO

- Conecte a tampa do frasco de solvente ao frasco de metanol de acordo com o manual.
- Prepare o vaso de titulação de acordo com o manual.
- Instale uma bureta de 5 mL preenchida com titulante Volumétrico Karl Fischer 5 mg/mL de um componente e verifique se não há bolhas de ar presentes na bureta ou na mangueira. Se necessário, encha a bureta até que todo o ar tenha sido completamente removido.
- Pressione  na tela principal. Use as teclas de seta para destacar *HI8301EN Solvent w/ 5mg/mL 1-comp* e pressione .
- Para a determinação da concentração exata de titulante, siga o Método *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* or *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Dispense metanol suficiente do frasco de solvente para encher o recipiente até a linha "min" (cerca de 50 mL).
- Pressione  para pré-titular o solvente e a umidade do vaso de titulação. Deixe que a taxa de

deriva de fundo se estabilize antes de prosseguir para o próximo passo.

ANÁLISE

- Pare a agitação do solvente no frasco de dissolução/extração.
- Encha a seringa e a agulha com o solvente da dissolução/extração.
- Pese a seringa, agulha e o solvente.
- Pressione . Insira o tamanho da amostra conforme solicitado.
- Dispense de 0.750 g a 1.000 g de solvente no vaso de titulação através do septo utilizando a agulha.
- Tome cuidado para não espirrar amostra no eletrodo e nas paredes do béquer. Se necessário, agite manualmente o recipiente de titulação suavemente para remover qualquer padrão presente no eletrodo ou na parede do béquer.
- Limpe o padrão residual da agulha puxando um pequeno volume de ar do recipiente de titulação. Caso uma "gota pendurada" de padrão fique na ponta da agulha, coloque a ponta da agulha brevemente no solvente.
- Retire a agulha do vaso de titulação e pese novamente a seringa para determinar a massa de amostra adicionada (por diferença das duas medidas).
- Use o teclado numérico para inserir a massa exata e pressione  para iniciar a análise.
- Ao final da titulação, é exibida a tela **Resultados**. Os resultados são expressos em **% de massa** de umidade. Registre este valor como "External Solvent Concentration".

PARÂMETROS DO MÉTODO

Name: Solvent w/ 5mg/mL 1-comp.
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-Analysis Stir Time: 0 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Solvent
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 1.0000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Cautious
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.250 µL
 Maximum Dose: 5.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 600 sec
 Maximum Titrant Volume: 5.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÁLCULOS

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 1.0000 g

$$\text{Mass} = \frac{V \times 5.0000}{1.0000 \times 10}$$

RESULTADOS

Method Name: Solvent w/ 5mg/mL 1-comp.
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.9580 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.0 µg/min
 End Point Volume: 0.1157 mL
 Result: 0.0595 %
 Titration Duration: 2:06 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 57.5 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____



PARTE 4:

TEORIA DA TITULAÇÃO



1. TEORIA DA TITULAÇÃO

1.1. INTRODUÇÃO À TITULAÇÃO

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

O ponto em que todo o analito reagiu é chamado de ponto de equivalência, também conhecido como o ponto final teórico ou estequiométrico. Este ponto é acompanhado de uma abrupta mudança física na solução, que define nitidamente o ponto final da reação. A mudança física associada ao ponto final da titulação é produzida pelo indicador e pode ser detectada visualmente ou por alguma 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 deve cumprir quatro requisitos:

- A reação deve ser rápida e ocorrer dentro de aproximadamente um segundo após a adição do titulante;
- A reação deve ser completa;
- A reação deve ter estequiometria bem conhecida (razões de reação);
- Um ponto final ou ponto de inflexão conveniente.

As titulações são altamente precisas e podem fornecer muitas vantagens sobre métodos alternativos. As titulações são realizadas rapidamente e requerem equipamentos e instrumentação relativamente simples.

1.2. USOS DA TITULAÇÃO

As titulações podem ser usadas em várias aplicações, incluindo:

- Teor de ácido em efluentes, alimentos (ex.: queijo e vinho), banhos de galvanização e decapagem, produtos de petróleo e medicamentos;
- Teor de base de fertilizantes (contendo amônia), água sanitária, minerais;
- Dureza em água;
- Teor de metal de ligas, minerais, minérios, argilas, águas, banhos de revestimento, tintas, papel, materiais vegetais, fluidos biológicos, produtos de petróleo;
- Teor de umidade em alimentos, petroquímicos, produtos farmacêuticos e plásticos
- Concentrações de reagentes redox, como cloro disponível em água potável, peróxido, vestígios de oxidantes e redutores em alimentos, redutores em alta temperatura ou água de caldeira de alta pressão, análise de vitaminas

1.3. VANTAGENS E DESVANTAGENS DA TITULAÇÃO

Algumas vantagens da titulação como uma técnica analítica são:

- Resultados mais precisos do que muitos métodos instrumentais, como medição por eletrodo, a precisão da medição é de até 0.1%;
- Métodos simples, custos de capital razoáveis e interface amigável;
- Adequação para medir os principais componentes de uma mistura ou produto;
- A automação pode reduzir o tempo e o trabalho gasto em cada análise.

Algumas desvantagens da titulação são:

- Tempo que leva para preparar padrões e titulantes;
- Boa técnica é necessária para alcançar resultados precisos (é necessário treinamento e prática);
- Não é adequado para determinar vestígios ou componentes secundários de uma mistura ou produto;
- Alcance de leitura limitado; pode exigir preparações de amostra adicionais (diluição) e análises repetidas.

2. TIPOS DE TITULAÇÃO

2.1. TITULAÇÃO DE ACORDO COM O MÉTODO DE MEDIÇÃO

2.1.1. TITULAÇÃO AMPEROMÉTRICA

Uma titulação amperométrica é realizada colocando dois eletrodos (geralmente um eletrodo metálico de íon seletivo e um eletrodo de referência) na solução de amostra e mantendo o potencial do eletrodo metálico em uma tensão selecionada. A corrente que flui, devido à oxidação ou redução de um reagente ou produto, é traçada em função do volume do titulante para fornecer a curva de titulação e localizar o ponto de equivalência. Mudanças na corrente são causadas por mudanças na concentração de uma espécie específica (sendo oxidada ou reduzida no eletrodo).

Geralmente, a reação entre o analito e o titulante forma uma nova espécie. Dependendo da titulação, os reagentes são eletroativos e os produtos não, ou vice-versa. As curvas de titulação amperométrica se parecem com duas linhas retas se cruzando no ponto de equivalência, isso é devido à mudança na eletroatividade da solução.

Muitos íons metálicos podem ser titulados amperometricamente usando uma reação de precipitação, complexação ou redox. Alguns íons metálicos e espécies que podem ser determinados desta maneira incluem prata, bário, halogenetos, potássio, magnésio, paládio, molibdato, sulfato, tungstato, zinco, bismuto, cádmio, fluoreto, índio, tálio, iodo e ouro.

A Figura 1 mostra quatro titulações amperométricas e seus pontos finais. No gráfico "A", o analito é eletroativo e fornece corrente, mas a espécie reagida não. Em "B", o reagente não está ativo, mas o titulante está. Em "C", o analito e o titulante estão ativos e fornecem fluxo de corrente. O gráfico "D" mostra a mesma situação que "B"; entretanto, a corrente tem sinal oposto (o titulante é reduzido).

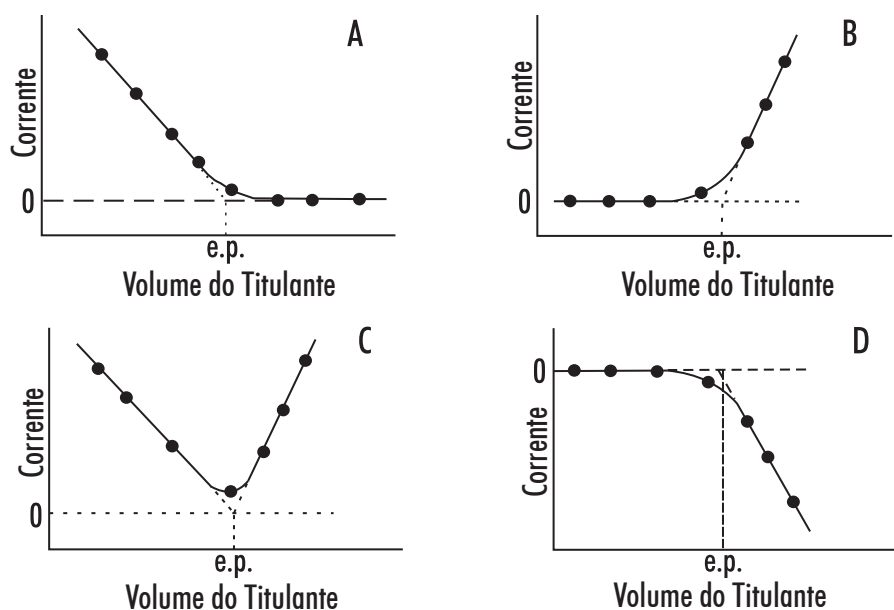


Figura 1

2.1.2. TITULAÇÕES POTENCIOMÉTRICAS

As titulações potenciométricas são realizadas medindo a tensão na solução usando um sistema de eletrodo. Um sistema de eletrodo consiste em um eletrodo indicador e um eletrodo de referência. À medida que o titulante é adicionado, as variações no potencial do eletrodo indicador, em relação ao eletrodo de referência, são monitoradas para mostrar o progresso da titulação.

A potenciometria é a medição de um potencial sob condições de fluxo de corrente zero. O potencial medido pode então ser usado para determinar a quantidade analítica de interesse, geralmente uma concentração de componente da solução de analito. O potencial que se desenvolve na célula eletroquímica é o resultado da mudança de energia livre que ocorreria se os fenômenos químicos ocorressem até que a condição de equilíbrio fosse satisfeita.

Há muitos tipos de titulações onde a potenciometria pode ser usada, por exemplo, eletrodos de pH para titulações ácido-base, eletrodos de platina de ORP em titulações redox, eletrodos de íons seletivos, como cloreto ou fluoreto para uma titulação de um íon específico e eletrodos de prata para titulações argentométricas (à base de prata).

2.1.3. TITULAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA

O nome vem do método usado para detectar o ponto final da titulação. Indicadores coloridos que mudam de cor durante o curso da titulação estão disponíveis para muitas titulações. Dados mais precisos sobre a curva de titulação podem ser obtidos se a absorção de luz for monitorada instrumentalmente usando uma fonte de luz, um monocromador simples e um fotodetector, em vez de determinar visualmente a mudança de cor. A absorção de luz por um indicador ou por um dos reagentes ou produtos pode ser usada para monitorar a titulação.

Na primeira curva de titulação, Figura 2 "A", está sendo monitorada a absorção de um complexo metal-indicador. A absorção é constante enquanto o metal é complexado pelo titulante EDTA. O complexo do indicador de metal foi removido, causando uma quebra acentuada na curva de titulação. O ponto onde todo o metal é complexado e retirado do indicador é o ponto de equivalência. Este ponto é marcado por "e.p." no gráfico.

Na segunda curva de titulação, Figura 2 "B", o complexo metálico está sendo medido enquanto é titulado com EDTA. O novo complexo que está sendo formado não é colorido e não absorve luz. A interseção extrapolada das duas linhas determina o ponto de equivalência.

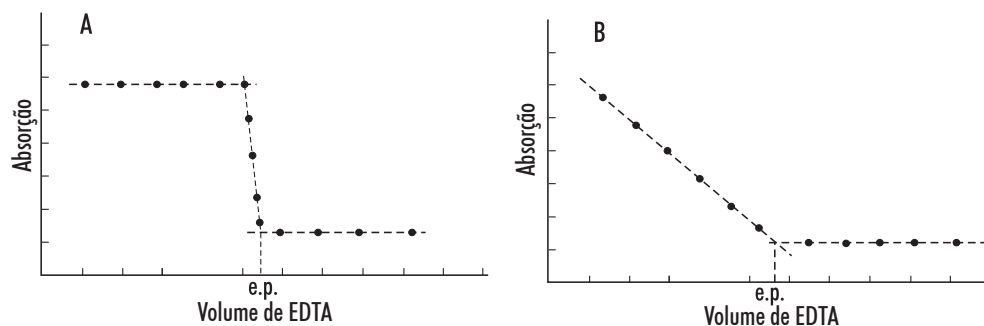


Figura 2

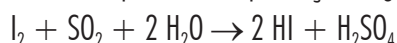
2.2. TITULAÇÕES DE ACORDO COM O TIPO DE REAÇÃO

2.2.1. TITULAÇÃO KARL FISCHER

Este método é baseado em uma reação química bem definida entre a água e o reagente Karl Fischer. A química proporciona uma excelente especificidade para a determinação de água. O método pode ser usado para determinar água livre e ligada em uma matriz de amostra. O método Karl Fischer é amplamente considerado para produzir os resultados mais rápidos, precisos e reprodutíveis e tem a maior faixa de concentração detectável entre 1 ppm e 100%. A determinação do teor de umidade é um dos métodos mais comumente praticados em laboratórios em todo o mundo. O conhecimento do teor de umidade é fundamental para compreender as propriedades químicas e físicas dos materiais e determinar a qualidade do produto. A determinação do teor de umidade é realizada em muitos tipos de amostras, incluindo produtos farmacêuticos e cosméticos, alimentos e produtos naturais, compostos orgânicos e inorgânicos, produtos químicos, solventes e gases, produtos petrolíferos e plásticos, bem como tintas e adesivos. O método KF é verificável e pode ser totalmente documentado. Como resultado, a titulação Karl Fischer é o método padrão para análise de umidade em uma infinidade de amostras, conforme especificado por numerosas organizações, incluindo a Association of Official Analytical Chemists, a Farmacopéia dos Estados Unidos e Européia, ASTM, American Petroleum Institute, British Standards e DIN.

2.2.1.1. HISTÓRIA DA TITULAÇÃO KARL FISCHER

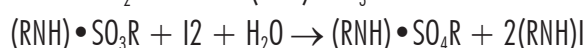
A determinação da água pela titulação Karl Fischer baseia-se na reação descrita por Bunsen em 1853 na qual o dióxido de enxofre é oxidado pelo iodo na presença de água.



No artigo de Karl Fischer de 1935, “um novo procedimento para a titulação da água”, ele apresentou uma forma modificada da reação de Bunsen adaptada para uso na determinação do teor de umidade de soluções não aquosas. Suas titulações foram realizadas em metanol na presença de excesso de dióxido de enxofre e piridina, a fim de neutralizar os produtos da reação ácida e levar a reação à sua conclusão.



Desde então, dois desenvolvimentos chave levaram à descrição atualmente aceita da reação Karl Fischer. Primeiro, a piridina atua como um tampão de pH e não desempenha um papel direto na reação. Isto permitiu aos formuladores de reagentes substituir a piridina por bases que são menos tóxicas e resultam em faixas de pH que facilitam titulações mais rápidas e mais precisas. Em segundo lugar, a espécie que reage com água não é o dióxido de enxofre, mas o íon monometil sulfito resultante da reação entre o dióxido de enxofre e o metanol. Posteriormente, pesquisadores mostraram que álcoois mais altos podem ser usados no lugar 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 em uma estequiometria de 1:1:1:3.



A taxa máxima da reação Karl Fischer é atingida na faixa de pH de 5,5 a 8 onde todo o dióxido de enxofre está disponível como sulfito de metila. Se o pH cair abaixo de 5, a taxa de reação diminui e o ponto final de titulação se torna cada vez mais difícil de ser alcançado. Se o pH exceder 8, começam a ocorrer reações laterais entre iodo e hidróxido ou íons metilato, alterando a estequiometria da titulação.

Enquanto solventes que não contém álcool podem ser utilizados em análises eles também tem efeito em estequiometria de reação. Quando os álcoois não estão presentes, a reação se assemelha à estequiometria da reação de Bunsen, onde a razão de consumo de água para iodo é de 2:1. Em solventes contendo álcoois superiores, proporções desiguais podem ser observadas devido às habilidades relativas dos álcoois superiores para formar o éster sulfito que reage com a água. Problemas resultantes da variação na estequiometria induzida por solvente não são normalmente encontrados durante a análise de rotina por dois motivos. Primeiro, 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 lugar, a maioria dos sistemas de reagentes Karl Fischer são formulados para suportar a estequiometria de reação KF padrão.

2.2.1.2. INDICAÇÃO VISUAL DA TITULAÇÃO KARL FISCHER

Os métodos visuais, originalmente utilizados por Karl Fischer, são limitados na aplicação, requerem um alto grau de habilidade e foram tornados obsoletos por indicação eletrométrica. Para uma indicação visual bem sucedida, as amostras de titulação devem ser incolores. Além disso, a coloração da solução varia entre os meios de titulação polar e não polar.

Após o ponto de equivalência da titulação, toda a água na solução de titulação foi reagida. A próxima gota de titulação 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 marrom. É difícil, mesmo para um analista experiente, gerar uma coloração de ponto final reprodutível entre titulações sucessivas.

2.2.1.3. INDICAÇÃO ELETROMÉTRICA DA TITULAÇÃO KARL FISCHER

As indicações biamperométrica e bivoltagemétrica são os dois tipos de métodos de detecção eletrométrica comumente usados para a indicação das titulações Karl Fischer. Ambos os métodos usam um pino duplo de platina ou um eletrodo duplo de anel de platina para detectar o excesso de iodo em uma solução de titulação. Após o ponto de equivalência da titulação, toda a água na solução de titulação foi reagida. A próxima dose de titulação 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 o monitoramento do fluxo de corrente através da solução de titulação enquanto uma tensão 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 μA .

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

Curvas de titulação em L são geradas para ambos os métodos, traçando a corrente ou tensão do eletrodo em relação ao volume de titulante adicionado durante a titulação.

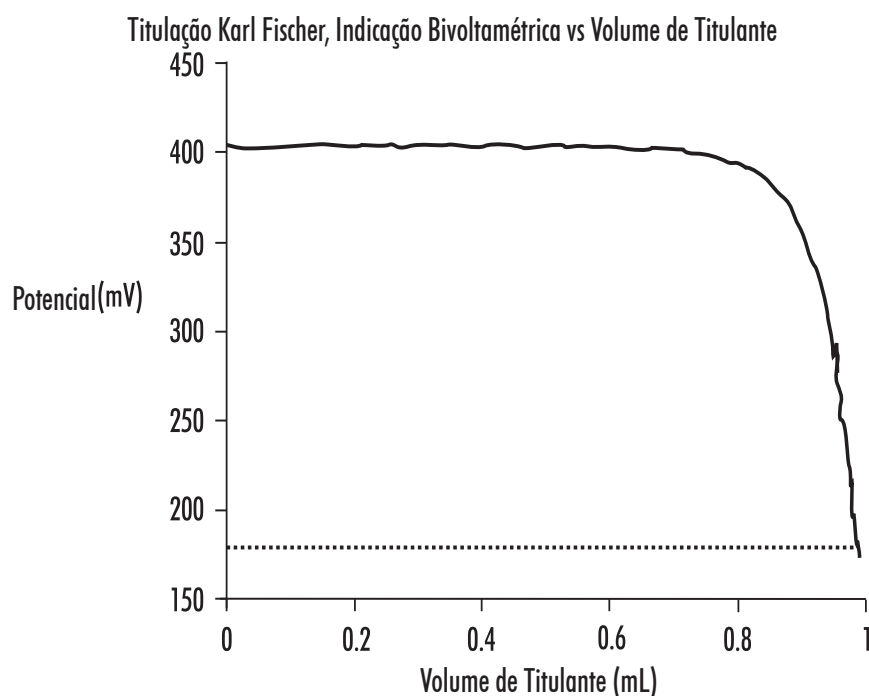


Figura 3

Os métodos eletrométricos resultam na sobretitulação 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 exatamente da mesma maneira, um leve excesso de iodo resultando em titulações altamente reproduzíveis. Segundo, a precisão das titulações eletrometricamente indicadas não é afetada pela sobretitulação, porque o leve excesso de iodo foi contabilizado durante a padronização do titulante.

2.2.2. TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE

Titulações ácido-base são o tipo mais comum de titulação. Elas são baseadas em uma reação entre um ácido e uma base, uma neutralização estequiométrica ou a troca de prótons. Praticamente todas as titulações ácido-base são realizadas usando um ácido forte ou uma base forte como titulante. O ponto final de uma titulação realizada com um ácido fraco ou uma base fraca seria difícil de detectar devido a uma pequena mudança no pH no ponto de equivalência. Os indicadores químicos são freqüentemente usados para determinar o ponto final. O indicador mudará de cor para indicar que o final da titulação foi alcançado. Ao escolher o indicador adequado, você deve selecionar um que tenha uma pK_a o mais próximo possível do ponto final da titulação. A região de mudança de cor do indicador é normalmente ± 1 unidade de pH ao redor da pK_a . A curva teórica de titulação é útil para ilustrar como a solução mudará durante a titulação real, e permitir a seleção adequada de um ponto final ou de um indicador.

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

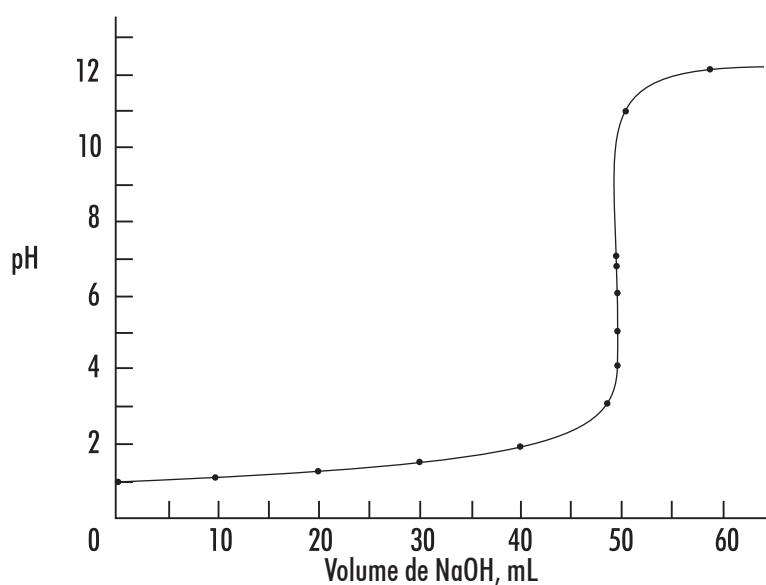


Figura 4

2.2.3. TITULAÇÃO ARGENTOMÉTRICA

As titulações argentométricas usam (nitrato de) prata como titulante e geralmente são titulações de precipitação, pois muitos sais de prata são insolúveis. São comumente usadas para titular e determinar a concentração de brometo, cloreto, cianeto, iodeto e sulfeto.

As titulações argentométricas podem ser feitas com o indicador de Mohr (quando todo o cloreto reagiu, um precipitado de cromato de prata vermelho 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.

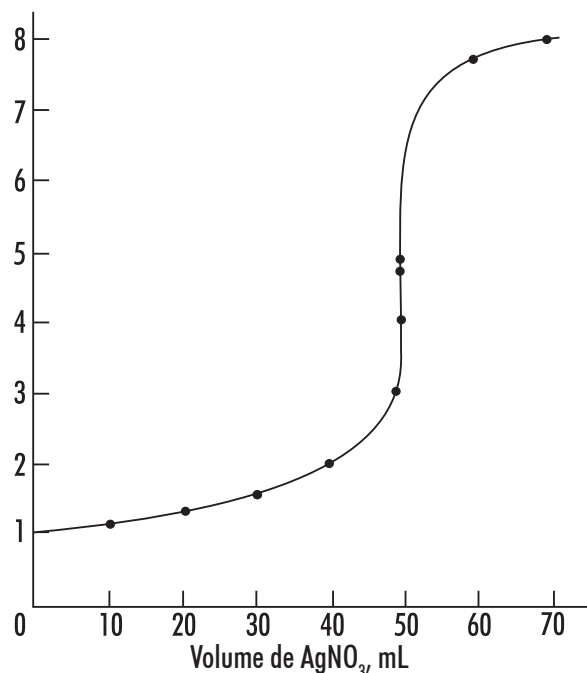


Figura 5

A Figura 5 mostra a titulação de 50 mL de 0.1N NaCl com 0.1N AgNO₃. O sinal potenciométrico é de um ISE de cloreto é representado graficamente como pCl ($-\log [\text{Cl}^-]$).

2.2.4. TITULAÇÃO COMPLEXOMÉTRICA

Um complexo é uma espécie em que um íon de metal central está covalentemente ligado a um ou mais grupos doadores de elétrons chamados ligantes. Frequentemente, esses titulantes contêm EDTA ou CDTA, ligantes polidentados que formam compostos de coordenação muito estáveis com íons metálicos. A reação de complexação deve ser rápida para ser útil para a titulação direta. Alguns íons metálicos reagem muito lentamente com EDTA para uma titulação direta.

Um eletrodo indicador que responde ao íon metálico pode ser usado para monitorar o progresso da titulação. A curva de titulação será semelhante a uma titulação potenciométrica usual. Os indicadores de complexação mudam de cor no ponto final, pois todos os íons metálicos são "consumidos", ou complexados, pelo titulante.

A curva de titulação aparecerá semelhante a uma titulação potenciométrica ao usar um eletrodo indicador que responde ao íon metálico (veja a Figura 6).

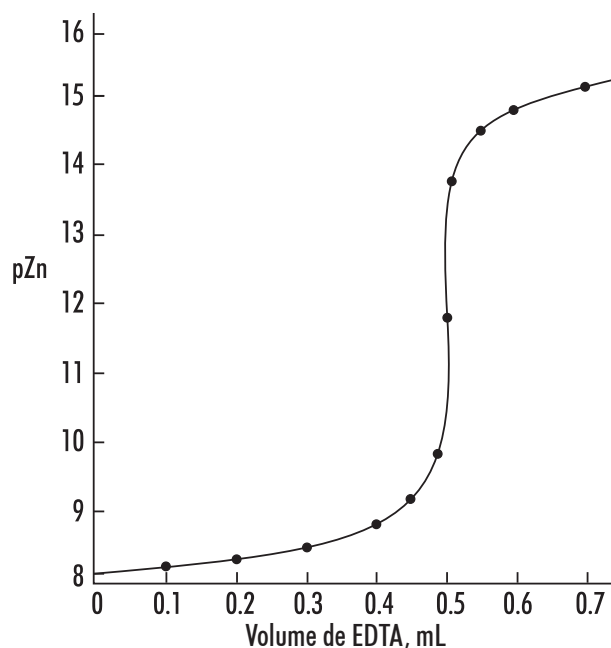


Figura 6

2.2.5. TITULAÇÃO DE ÍON SELETIVO

A titulação de íons seletivos mais popular é uma titulação ácido-base. A concentração de íons de hidrogênio é especificamente medida e monitorada durante o processo de titulação para localizar o ponto de equivalência. Usando um eletrodo de íons seletivos (ISE) como o eletrodo indicador, o sinal potenciométrico (em mV) é usado para seguir diretamente a concentração (ou atividade) de um íon específico.

Exemplos de titulações de ISE incluem a titulação de fluoreto com um titulante de alumínio usando um ISE de fluoreto, cloreto com nitrato de prata usando um ISE de cloreto, sódio com um ISE de sódio, etc. O ponto de equivalência pode ser determinado relacionando o valor mV em função da quantidade de titulante adicionado.

2.2.6. TITULAÇÃO ÁCIDO BASE COM SOLVENTE NÃO-AQUOSO

Os solventes não aquosos devem ser usados para titular ácidos e bases muito fracos devido ao efeito de nivelamento inerente que a água tem sobre todos os ácidos e bases nela dissolvidos. Uma grande variedade de ácidos e bases fracos pode ser titulada usando solventes não aquosos. As misturas de ácidos ou bases podem frequentemente ser analisadas individualmente em uma única titulação sequencial.

2.2.6.1. TITULAÇÃO DE ÁCIDOS

Ácidos fracos com pK_a 's até cerca de 11 podem ser titulados em solventes não aquosos. Estes incluem ácidos carboxílicos, enóis, fenóis, imidas, ácidos sulfônicos e ácidos inorgânicos. Água ou álcoois inferiores são adequados para titulação de ácidos médios a fortes (pK_a menor que 5). A titulação de um ácido mais fraco com um titulante de base forte requer um solvente menos ácido do que água ou etanol/metanol. Verificou-se que solventes como acetona, acetonitrila, álcool t-butílico, 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 em uma mistura 10:1 de benzeno/metanol. Os melhores titulantes são os hidróxidos de amônio quaternário (como o hidróxido de tetrabutilamônio) devido à boa solubilidade dos sais de tetralquilamônio dos ácidos titulados e à curva de titulação potenciométrica limpa obtida (ver Figura 7)

2.2.6.2. TITULAÇÃO DE BASES

Bases fracas com pK_b 's até cerca de 11, que não ionizam com água, podem ser tituladas em solventes não aquosos. Essas bases incluem aminas alifáticas e aromáticas, heterociclos de nitrogênio básico, metais alcalinos e sais de aminas de ácidos e muitos outros compostos orgânicos básicos. A titulação de uma base fraca com um titulante de ácido forte requer um solvente básico que seja o mais fraco possível. Água e álcoois permitem a titulação de bases de força média, como aminas alifáticas ($pK_b = 4$ a 5), mas não a titulação de bases mais fracas, como piridina ($pK_b = 8.8$). O ácido acético glacial funciona bem para bases fracas e tem sido usado extensivamente. Solventes menos básicos, como acetona, acetonitrila e nitrometano, estendem a faixa de compostos tituláveis.

O ponto final para titulações não aquosas é geralmente determinado potenciometricamente usando um eletrodo de vidro de pH, um calomelano modificado ou eletrodo de referência de junção dupla com uma junção de referência de baixa taxa de fluxo. Boas curvas de titulação potenciométrica são obtidas na maioria dos solventes, exceto naqueles com constantes dielétricas muito baixas como benzeno, clorofórmio e outros, quando a alta resistência elétrica do solvente causa potenciais instáveis.

2.2.7. TITULAÇÃO DE PRECIPITAÇÃO

Titulações de precipitação permitem uma análise mais rápida em comparação com a análise gravimétrica antiga, onde um precipitado é formado, filtrado, seco e pesado para analisar um composto. Normalmente, halogenetos de prata, tiocianato de prata e alguns sais de mercúrio, chumbo e zinco são titulados usando este método. As reações químicas devem formar um sal insolúvel e precipitar rapidamente para serem analisadas por este método. Quando a reação não é rápida, uma titulação reversa pode ser usada. Um excesso medido do reagente de precipitação (titulante) é adicionado para forçar a ocorrência da reação, e então o titulante não reagido é titulado com uma solução padrão de outro reagente.

2.2.8. TITULAÇÃO REDOX

Existem várias reações de oxidação-redução que podem ser usadas para determinar a concentração desconhecida por titulação. Se a reação for completa, for rápida e houver um sinal analítico disponível para acompanhá-la, uma titulação pode ser realizada. O termo "rápido" significa que cada adição de titulante reage completamente e o eletrodo de detecção é capaz de detectar a mudança na solução em menos de um segundo. (veja a Figura 8).

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

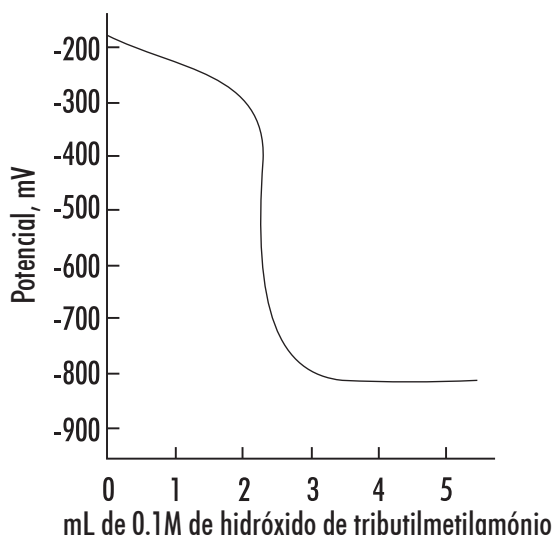


Figura 7

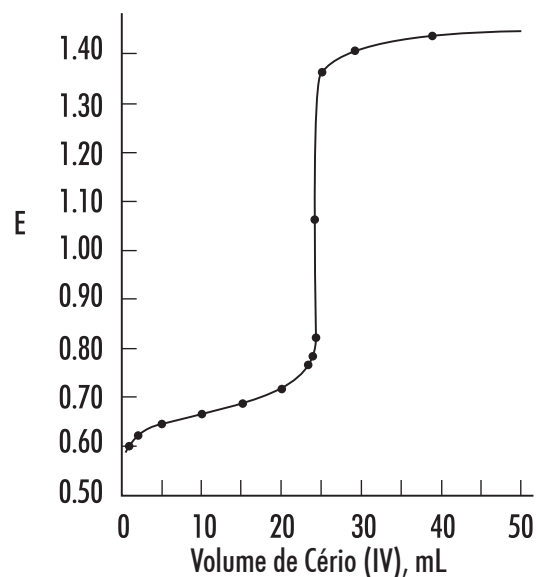


Figura 8

Indicadores visuais como Ferrion também estão disponíveis. A forma oxidada e reduzida do indicador terá cores diferentes e pode ser usada 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 comumente usados como titulantes incluem tiosulfato de sódio e sulfato de amônio ferroso. Tal como acontece com as titulações ácido-base, o potencial muda dramaticamente no ponto de equivalência.

2.3. TITULAÇÕES DE ACORDO COM A SEQUÊNCIA DE TITULAÇÃO

2.3.1. TITULAÇÃO REVERSA

As titulações reversas são geralmente usadas quando uma reação é muito lenta para ser realizada diretamente usando uma titulação “direta”, onde a reação é completa em alguns segundos. Em uma titulação reversa, o excesso de reagente é adicionado à solução de amostra, ajudando a completar uma reação lenta. O reagente em excesso não reagido é então titulado. A diferença entre o volume total do primeiro reagente adicionado e a quantidade determinada na segunda titulação é a quantidade de reagente necessária para completar a primeira reação.

2.3.2. TITULAÇÃO DE MÚLTIPLOS PONTOS FINAIS

Sob certas condições, algumas titulações podem exibir mais de um ponto de equivalência e podem ser tituladas para os pontos finais individuais para determinar a concentração de cada componente individual. Exemplos desses tipos de titulações incluem ácido-base (onde diferentes concentrações de ácidos ou bases estão em uma mistura), redox (onde cada espécie tem um potencial de redução diferente), complexométrica (onde diferentes espécies são tituladas separadamente) e ácido-base usando ácidos polipróticos (o pK_a dos diferentes prótons varia o suficiente para separá-los).

A Figura 9 mostra três tipos diferentes de titulações de múltiplos pontos finais. “A” mostra a titulação de um ácido poliprótico, as diferentes intensidades de ácido do primeiro e do segundo próton podem ser determinadas. “B” ilustra uma mistura de duas espécies diferentes de redox de metal, onde os diferentes potenciais redox permitem que as espécies sejam separadas. “C” é a titulação de uma solução contendo ácidos fortes, fracos e muito fracos.

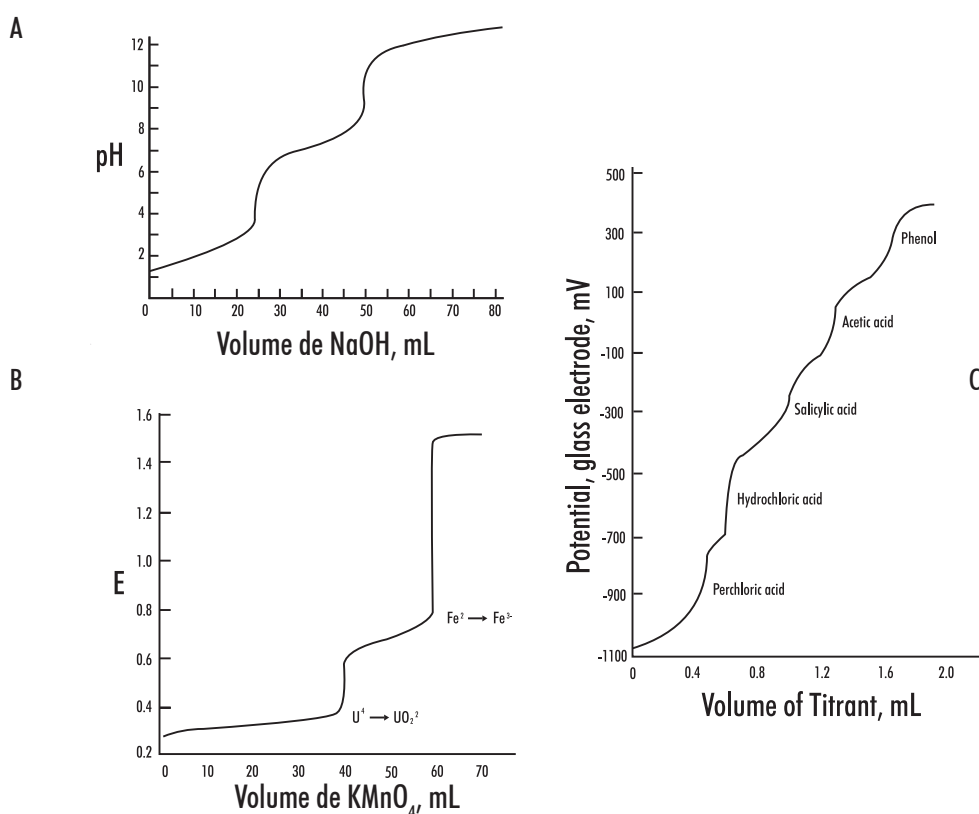


Figura 9

3. PROCEDIMENTOS DE TITULAÇÃO

3.1. TITULAÇÃO MANUAL

Os instrumentos necessários para a titulação manual incluem:

- Bureta volumétrica, para entrega precisamente controlada de titulante para o recipiente de reação;
- Um Erlenmeyer, ou frasco semelhante, que facilita a mistura constante ou agitação necessária para garantir a homogeneidade da solução;
- Pipetas volumétricas para a adição precisa de amostras e soluções indicadoras;
- Soluções de titulante de concentração conhecida;
- Um indicador visual ou instrumental para detectar a conclusão da reação.

Uma titulação manual típica consiste nas seguintes etapas:

- 1) Uma pipeta volumétrica é normalmente usada para adicionar um volume conhecido de amostra ao frasco;
- 2) Uma solução indicadora ou sonda de instrumento é adicionada ao frasco;
- 3) Uma bureta é usada para medir a adição de titulante ao frasco e dispensar titulante de maneira controlada;
- 4) O titulante é adicionado através da bureta até que a indicação do método sinalize o ponto final da reação;
- 5) A concentração do analito é calculada com base na concentração e no volume de titulante necessário para atingir o ponto final.



Segure a torneira, mantendo a pressão para impedir que a torneira saia.



Mexa o frasco constantemente

3.2. TITULAÇÃO AUTOMÁTICA

Os tituladores automáticos são instrumentos analíticos de alta precisão que fornecem o titulante, monitoram a alteração física associada à reação de titulação, param automaticamente no ponto final e calculam a concentração do analito. Tituladores automáticos são os melhores para titulações repetitivas e análises de alta exatidão.

Um titulador automático deve ter um sistema preciso de dispensação de líquido. Em sistemas de alta exatidão, como os tituladores da série **H1900** o sistema de distribuição de líquido consiste em uma bureta de seringa de pistão acionada por motor de passo capaz de distribuir com precisão volumes muito pequenos de titulante, um sistema de válvula para alternar entre a entrada e saída de titulante e uma ponta de distribuição. Esses três componentes principais do subsistema devem ser tão precisos quanto possível, com folga de engrenagem muito baixa na bomba de bureta, flexão

mínima da vedação do pistão, diâmetro interno retificado com precisão da seringa de vidro, válvula de baixo volume morto, evaporação/permeabilidade mínima e tubos resistentes a produtos químicos.

Os equipamentos necessários para titulação automática são:

- Um titulador automático, equipado com uma bureta;
- Um béquer;
- Um sistema de agitação eletrônico: um agitador de hélice ou uma barra de agitação magnética e placa de agitação;
- Pipetas volumétricas para a adição precisa de amostras;
- Soluções de titulante padrão de concentração conhecida;
- Um sistema de eletrodo que pode ser usado para determinar o ponto final da titulação.

Uma titulação automática típica consiste nas seguintes etapas:

- 1) Montar e configurar o titulador automático de acordo com as instruções do fabricante;
- 2) Uma pipeta volumétrica é normalmente usada para adicionar um volume conhecido de amostra ao béquer;
- 3) Mergulhar o agitador de hélice ou adicionar a barra de agitação ao béquer e ligar;
- 4) Iniciar a titulação; o titulador irá parar automaticamente no ponto final e determinar a concentração do analito.

4. RESULTADO DA TITULAÇÃO

4.1. EXATIDÃO

Os fatores mais críticos para obter resultados precisos com os sistemas de titulação HI900 são a concentração da amostra, tamanho da amostra e possuir um conjunto otimizado de parâmetros do método.

4.2. REPETIBILIDADE

Repetibilidade, ou a concordância entre determinações replicadas, é expressa quantitativamente como o desvio padrão relativo (RSD).

4.3. FONTES DE ERRO

Uma das vantagens da análise volumétrica são as excelentes precisão e acurácia. 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 mudou ou foi contaminada durante a coleta, armazenamento ou transferências;
- Técnica ruim ao transferir a amostra para um béquer ou frasco;
- Erros na balança, calibre e verifique a balança regularmente.

4.3.2. ERROS DE PREPARAÇÃO

Preparação incorreta devido a:

- Técnica ruim na pesagem do sal ou na transferência para vidraria volumétrica;
- Baixa pureza de sais ou da água usados para fazer titulante e padrão;
- Vidraria suja ou molhada;
- Armazenamento impróprio de titulante ou padrão que permite ganho de água, evaporação ou deterioração;
- Falha na frequência de padronização para ajustar a concentração de titulante;
- Falha ao lavar os tubos do titulador com um volume de titulante antes da padronização;
- Erros de volume de pipetas e frascos volumétricos, vidraria classe A é necessária;
- Erros de balança ao pesar sais, calibrar e verificar a balança regularmente.

4.3.3. ERROS DE DISTRIBUIÇÃO

Distribuição incorreta ocorre por:

- Válvula de volume morto e válvula de vazamento;
- Imprecisão no acionamento do motor e folga da engrenagem;
- Vedação ruim da bureta/pistão;
- Diâmetro não uniforme do cilindro de vidro da bureta;
- Incompatibilidade química com tubulação ou geração de bolhas;
- Mudanças de densidade/temperatura no titulante;
- Volume inadequado para cobrir o eletrodo.

4.3.4. ERROS DE REAÇÃO QUÍMICA

- Solvente ou amostra inadequada, resultando em reações colaterais;
- Mistura ruim do titulante e solvente ou amostra no recipiente de titulação;
- A reação entre o titulante e a amostra não é rápida;
- A reação não chega ao fim;
- A reação tem reações colaterais.

4.3.5. ERROS DE DETERMINAÇÃO DE PONTO FINAL

A maioria das titulações manuais usa um indicador visual para indicar quando o ponto final é alcançado e a titulação deve ser interrompida. Os tituladores automáticos usam métodos instrumentais para determinar o final de uma titulação e o ponto de equivalência. Existem dois métodos predominantes usados 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 considerado o ponto de equivalência. A primeira derivada é frequentemente usada para determinar o ponto de inflexão. O valor máximo da primeira derivada (ΔmV vs. ΔV) corresponde ao ponto de equivalência teórico. Durante uma titulação, é raro ter um ponto de dado exatamente no máximo da primeira derivada, o valor máximo é determinado pela interpolação dos primeiros pontos de dados da derivada.

A segunda derivada (ΔmV^2 vs. ΔV^2) também pode ser usada para determinar o ponto de equivalência e pode oferecer vantagens sobre o método da primeira derivada. Derivadas secundárias têm sensibilidade aumentada para pontos de inflexão menores e avaliação numérica mais fácil do ponto de equivalência real. O valor onde a segunda derivada é igual a zero é o ponto de equivalência. A segunda derivada requer menos pontos localizados perto do ponto de equivalência, onde os dados muitas vezes não são obtidos ou não são tão confiáveis.

Erros na determinação do ponto final pode ser resultado de:

- Sinais incorretos do sensor;
- Desvio do sensor;
- O sensor ou o instrumento possui uma resposta lenta, mantenha os sensores em boas condições;
- Configuração inapropriada do titulador.

5. CÁLCULOS

5.1. EQUAÇÕES UTILIZADAS EM TITULAÇÕES VOLUMÉTRICAS KARL FISCHER

5.1.1. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE COMO % DE MASSA DE AMOSTRAS MEDIDAS POR MASSA

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

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
V_{titrant}	Volume de Titulante (mL)
Titer	Título do Titulante (mg/mL)
m_{sample}	Massa da amostra (g)

5.1.2. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE COMO % DE MASSA DE AMOSTRAS MEDIDAS POR VOLUME

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

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
V_{titrant}	Volume de Titulante (mL)
Titer	Título do Titulante (mg/mL)
V_{sample}	Volume da amostra (mL)
d_{sample}	Densidade da amostra (g/mL)

5.1.3. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE COMO % DE VOLUME DE AMOSTRAS MEDIDAS POR VOLUME

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{V_{\text{sample}} \times d_{\text{water}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
V_{titrant}	Volume de Titulante (mL)
Titer	Título do Titulante (mg/mL)
V_{sample}	Volume da amostra (mL)
d_{water}	Densidade da água na temperatura de análise (g/mL)

5.1.4. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE COMO % DE MASSA SUBTRAINDO A TAXA DE DERIVA DE FUNDO

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

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
V_{titrant}	Volume de Titulante (mL)
Titer	Título do Titulante (mg/mL)
Drift	Taxa de Deriva de Fundo ($\mu\text{g}/\text{min}$)
t	Duração da Titulação (min)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)

5.1.5. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE EM AMOSTRAS DE DISSOLUÇÃO EXTERNA

$$C_{\text{sample}} = \left[\frac{m_{\text{solvent}} \times (C_{\text{solution}} - C_{\text{solvent}})}{m_{\text{sample}}} + C_{\text{solution}} \right] \times 100$$

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
m_{solvent}	Massa do Solvente (g)
C_{solution}	Teor de Água da Solução Dissolvida (w/w)
C_{solvent}	Teor de Água do Solvente (w/w)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)

5.1.6. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE EM AMOSTRAS DE EXTRAÇÃO EXTERNA

$$C_{\text{sample}} = \frac{m_{\text{titrant}} \times (C_{\text{supernatant}} - C_{\text{solvent}})}{m_{\text{solvent}} \times (1 - C_{\text{supernatant}})} \times 100$$

C_{sample}	Concentração da amostra (% w/w)
m_{solvent}	Massa do Solvente (g)
$C_{\text{supernatant}}$	Teor de Água do Sobrenadante (w/w)
C_{solvent}	Teor de Água do Solvente (w/w)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)

5.1.7. CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE EM AMOSTRAS GASOSAS

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

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{\text{Flow Rate} \times \text{Flow Duration}}$$

C_{sample}	Concentração da amostra (mg/mL)
V_{titrant}	Volume do Titulante (mL)
Titer	Título do Titulante (mg/mL)
Flow Rate	Taxa de Fluxo da Amostra (L/min)
Flow Duration	Tempo de Extração da Amostra (min)

Para calcular o teor de água em % de w/w a massa do gás introduzido no recipiente de titulação deve ser conhecida. Isto pode ser determinado por cálculos utilizando leis ideais de gás ou pela medição da massa do recipiente de amostra antes e depois de uma titulação.

5.1.8. CÁLCULO DO TÍTULO (EQUIVALENTE EM ÁGUA DO TITULANTE) USANDO TARTARATO DE SÓDIO DI-HIDRATADO CONTENDO 15,66% DE UMIDADE EM MASSA

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

C_{titrant}	Título do Titulante (mg/mL)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)
C_{tartrate}	Teor de Água do Taratarato (156.6 mg/g)
V_{titrant}	Volume do Titulante (mL)

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

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

C_{titrant}	Título do Titulante (mg/mL)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)
C_{standard}	Teor de Água do Padrão (mg/g)
V_{titrant}	Volume do Titulante (mL)

5.2. EQUAÇÕES USADAS EM TITULAÇÕES

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

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_{sample}	Concentração da Amostra (g/100g)
V_{titrant}	Volume do titulante
C_{titrant}	Concentração do Titulante (eq/L)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
$\text{FW}_{\text{analyte}}$	Massa molecular do analito (g/mol)
m_{sample}	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_{sample}	Concentração da Amostra (g/100g)
V_{titrant}	Volume do titulante
C_{titrant}	Concentração do Titulante (eq/L)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
$\text{FW}_{\text{analyte}}$	Massa molecular do analito (g/mol)
V_{sample}	Volume da amostra (mL)

5.2.3. PADRONIZAR TITULANTE POR MASSA

A padronização do titulante é o segundo cálculo mais importante em titulações. Um padrão primário é titulado para determinar a concentração do titulante. Esta é essencialmente uma titulação comum calculada no “reverso”, onde a concentração da solução é conhecida e o titulante é desconhecido.

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

C_{titrant}	Concentração do Titulante (N)
m_{standard}	Massa do Padrão (g)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
FW_{standard}	Massa molecular do padrão (g/mol)
V_{titrant}	Volume do Titulante (L)

5.2.4. PADRONIZAR 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_{titrant}	Concentração do Titulante (N)
V_{standard}	Volume do Padrão (mL)
C_{standard}	Concentração do Padrão (eq/L)
V_{titrant}	Volume do Titulante (L)

5.2.5. TITULAÇÃO EM BRANCO

Em uma titulação em branco, uma pré-titulação é realizada, muitas vezes no solvente a ser usado para a titulação da amostra, e o volume de titulante necessário para atingir o ponto final é anotado. Este valor em 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 usada para uma titulação em branco, com a única modificação de que o volume de titulante usado na titulação em branco deve ser subtraído do volume de titulante de titulação regular.

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

C_{sample}	Concentração da Amostra (g/100 g)
C_{titrant}	Concentração do Titulante (eq/L)
V_{sample}	Volume de Titulante necessário para a amostra (L)
V_{blank}	Volume de Titulante necessário para o branco (L)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
FW_{analyte}	Massa molecular do Analito (g/mol)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)

5.2.6. TITULAÇÃO DE MÚLTIPLOS PONTOS FINAIS

Algumas titulações têm dois ou mais pontos finais, cada um correspondendo ao ponto de equivalência para uma reação específica. As titulações de múltiplos pontos finais são semelhantes a uma titulação em branco em que o volume de titulante necessário para atingir o primeiro ponto final é subtraído do volume de titulante usado 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_{sample1}	Concentração da Amostra 1 (g/100g)
C_{sample2}	Concentração da Amostra 2 (g/100g)
C_{sample3}	Concentração da Amostra 3 (g/100g)
V_{titrant1}	Volume de titulante necessário para atingir o primeiro ponto final (L)
V_{titrant2}	Volume de titulante necessário para atingir o segundo ponto final (L)
V_{titrant3}	Volume de titulante necessário para atingir o terceiro ponto final (L)
C_{titrant}	Concentração do titulante (N)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
$\text{FW}_{\text{analyte1}}$	Massa molecular do Analito 1 (g/mol)
$\text{FW}_{\text{analyte2}}$	Massa molecular do Analito 2 (g/mol)
$\text{FW}_{\text{analyte3}}$	Massa molecular do Analito 3 (g/mol)
m_{sample}	Massa da Amostra (g)

5.2.7. TITULAÇÃO REVERSA

A equação usada nos cálculos de titulação reversa também é semelhante à equação para uma titulação em branco. Em vez de subtrair a quantidade inicial de titulante necessária para reagir com o branco, a quantidade de segundo titulante necessária para reagir com o excesso de titulante adicionado na primeira titulação é subtraída da quantidade do primeiro titulante adicionado. A diferença entre as duas quantidades é a quantidade de titulante necessária para atingir 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_{sample}	Concentração da Amostra (g/100mL)
C_{titrant1}	Concentração do Titulante 1 (N)
V_{titrant1}	Volume do Titulante 1 (L)
C_{titrant2}	Concentração do Titulante 2 (N)
V_{titrant2}	Volume do Titulante 2 (L)
Ratio	Razão de equivalência de analito / titulante (mol analito / eq titulante)
$\text{FW}_{\text{analyte}}$	Massa molecular do Analito (g/mol)
V_{sample}	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, com base na reação que ocorre entre um ácido e uma base.

Atividade

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

Titulação Amperométrica

Titulações onde o fluxo de corrente entre dois eletrodos (geralmente um eletrodo de metal e um eletrodo de referência) são usados para monitorar o progresso da titulação.

Analito

A espécie química sendo medida em uma titulação.

Titulação Argentométrica

Titulações que usam prata (nitrato) como titulante. Essas titulações são tipicamente titulações de precipitação.

Titulador Automático

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

Titulação Reversa

Um tipo de titulação em que uma quantidade excessiva de titulante é adicionada a uma amostra, forçando uma reação lenta a ser concluída. O excesso de reagente é então "titulado de volta" com um segundo titulante.

Base

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

Indicação Biamperométrica

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

Indicação Bivoltamétrica

Usa um eletrodo de pino duplo de platina para medir a tensão necessária para manter um fluxo de corrente constante em uma solução de titulação enquanto tensão constante é aplicada nos elementos de platina do eletrodo.

Bureta

Uma peça cilíndrica graduada de vidraria de laboratório usada para distribuir quantidades precisas de solução.

Íon Complexo

Uma espécie em que um íon de metal central é covalentemente ligado a um ou mais grupos doadores de elétrons chamados ligantes.

Titulação Complexométrica

Os íons metálicos são titulados usando um titulante que se liga fortemente a ele. Os titulantes geralmente contêm ácido etilendiaminotetracético (EDTA) ou ácido ciclohexilenodinitrilotetraacético (CDTA).

Ponto Final

O ponto em que uma titulação foi interrompida porque uma mudança física na solução indicou uma titulação completa. Os pontos finais da titulação geralmente coincidem com o ponto de equivalência. Um ponto final de valor fixo (pH ou mV) também pode ser usado. A titulação irá parar no ponto desejado, independentemente de a titulação estar completa.

Ponto de Equivalência

O ponto em que a quantidade de titulante é estequiometricamente igual à quantidade de analito.

Formal

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

Análise Gravimétrica

Uma determinação quantitativa de um analito baseada na massa do sólido.

Eletrodo Indicador

Um eletrodo que responde à espécie de interesse. O potencial do eletrodo é proporcional à concentração ou atividade daquele íon na solução sendo medida.

Indicadores

Os indicadores químicos são tipicamente corantes orgânicos que mudam de forma sob diferentes condições físicas, causando uma mudança de cor que pode ser vista por um analista. Normalmente usados em titulações manuais, os indicadores químicos foram substituídos por indicadores eletrométricos, que são usados com tituladores automáticos.

Ponto de Inflexão

O ponto em uma curva de titulação onde estão os sinais das mudanças da segunda curva derivada.

Eletrodo de Íon Seletivo (ISE)

Um eletrodo que responde a um íon específico. O potencial do eletrodo é proporcional à concentração ou atividade daquele íon na solução que está sendo medida.

Titulação Karl Fischer

Titulação que usa uma reação química específica para determinar a água.

Titulação Manual

Uma titulação feita manualmente. O analista deve adicionar a quantidade apropriada de titulante, determinar o ponto final e calcular os resultados.

Molar

A concentração de um soluto em uma solução.

Mole (mol)

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

Monocromador

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

Titulação de Múltiplos Pontos Finais

Uma titulação que reage várias espécies em solução sequencialmente usando o mesmo titulante. A concentração de cada analito pode ser determinada a partir de seus respectivos pontos finais.

Equação de Nernst

A equação fundamental que relaciona a tensão da célula à concentração de uma solução.

Neutralização

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

Não-Aquosa

Uma solução que não contém água.

Titulação Não-Aquosa

Uma titulação que é realizada em soluções não aquosas, normalmente usada para titular ácidos e bases muito fracos para eliminar o efeito de nivelamento que a água tem em todos os ácidos e bases nela dissolvidos.

Normal

A concentração de uma solução que representa qualquer diferença estequiométrica entre as várias espécies em uma solução.

Potencial de Oxidação/Redução (ORP)

Uma voltagem gerada em uma solução que é resultado da razão entre as espécies oxidadas e reduzidas. Normalmente medido potenciométrico com um sensor ORP.

Oxidante

A espécie que está aceitando elétrons em uma reação redox.

Pipeta

Equipamento científico usado para fornecer volumes precisos de líquidos.

Ácido poliprótico

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

Titulação Potenciométrica

Uma titulação em que o ponto final é determinado pelo monitoramento da tensão da solução usando um eletrodo.

Titulação de Precipitação

Titulação na qual o analito reage com o titulante para formar um composto insolúvel. O ponto final é normalmente detectado com um ISE sensível ao analito ou ao titulante.

Reagente

O produto químico adicionado em uma titulação que causa a ocorrência de determinada reação.

Reação de Redução-Oxidação (redox)

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

Redutores

O doador de elétron em uma reação redox.

Reference Electrode

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

Desvio Padrão Relativo (RSD)

Uma medida da quantidade de variação relativa em um conjunto de dados. É calculado dividindo o desvio padrão pela média:
$$RSD = (\text{desvio padrão de } X) * 100 / (\text{média de } X)$$

Repetibilidade

A variação nas medições de amostra feitas por uma única pessoa ou instrumento nas mesmas condições.

Titulação Espectrofotométrica

Uma titulação em que o ponto final é marcado por uma mudança na cor e/ou intensidade da cor.

Estequiometria

A relação quantitativa dos reagentes e produtos em uma reação química.

Titulante

O produto químico adicionado em uma titulação que causa a ocorrência de determinada reação.

Titulação

Um procedimento quantitativo volumétrico usado em química analítica para determinar a concentração de um analito em solução. A concentração do analito é determinada adicionando lentamente um titulante à solução. Conforme o titulante é adicionado, ocorre uma reação química entre o titulante e o analito..

Curva de Titulação

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

Certificação

Todos os equipamentos da Hanna Instruments estão em conformidade com as **CE European Directives**.



Descarte de Equipamentos Elétricos e Eletrônicos. O produto não deve ser tratado como lixo doméstico. Entregue-o em um ponto de coleta de reciclagem de equipamentos elétricos e eletrônicos.

Assegurar o descarte correto dos produtos e das pilhas evita possíveis consequências negativas para o meio ambiente e para a saúde humana. Para mais informações, contate sua cidade ou seu serviço local de coleta de lixo.



Recomendações aos Usuários

Antes de utilizar o equipamento, verifique se ele é inteiramente adequado para a sua aplicação específica e para o ambiente em que será utilizado. Qualquer alteração no equipamento fornecido feita pelo usuário pode prejudicar o desempenho eletromagnético do medidor. Para a sua segurança e a do medidor, não o utilize ou o armazene em ambientes perigosos.

Garantia

O HI933 possui garantia de **90 dias** para defeitos de fabricação, quando usado para a finalidade pretendida e mantido de acordo com as instruções deste manual. Esta garantia é limitada ao conserto ou troca, sem custo — desde que esteja dentro do prazo.

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 medidor à Hanna Instruments, obtenha primeiro uma autorização (RGA) junto do Departamento de Apoio a Clientes. Proceda depois ao envio, com todos os portes pagos.

Quando expedir qualquer medidor, certifique-se que está corretamente embalado e bem acondicionado e protegido.

Hanna Instruments Portugal
Zona Industrial de Amorim

Rua Manuel Dias, Nº392, Fração I
4495 - 129 Amorim - Póvoa de Varzim

e-mail: info@hanna.pt
e-mail: assistencia@hanna.pt