dCa ISE combinado

6.00502.300

Ficha informativa do sensor

8.0109.8012PT / v11 / 2023-08-15

Metrohm

Metrohm AG
Ionenstrasse
CH-9100 Herisau
Suíça
+41 71 353 85 85
info@metrohm.com
www.metrohm.com

dCa ISE combinado

6.00502.300

Ficha informativa do sensor

8.0109.8012PT / v11 /
2023-08-15

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

Todos os direitos autorais desta documentação são protegidos. Reservados todos os direitos patrimoniais e autorais.

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

Aviso de isenção de responsabilidade

Estão expressamente excluídas da garantia defeitos que não sejam da responsabilidade da Metrohm como armazenamento ou uso irregular, etc. As modificações não autorizadas do produto (por exemplo, conversões ou anexos) excluem qualquer responsabilidade por parte do fabricante pelos danos resultantes e suas consequências. As instruções e notas na documentação do produto da Metrohm devem ser rigorosamente seguidas. Caso contrário, a responsabilidade de Metrohm está excluída.

Índice

1 Visão geral 1

1.1 dCa ISE combinado – descrição do produto 1

1.2 dCa ISE combinado – Visão geral 1

2 Descrição do funcionamento 2

2.1 Eletrodo íon-seletivo - Descrição do funcionamento 2

3 Entrega e embalagem 3

3.1 Entrega 3

3.2 Embalagem 3

3.3 Desembalar e verificar o sensor 3

3.4 Armazenar dCa ISE combinado 4

4 Instalação 6

4.1 Preparar o dCa ISE combinado 6

4.2 Montar o sensor 8

5 Operação e funcionamento 10

5.1 dCa ISE combinado – Procedimentos de medição 10

6 Manutenção 12

6.1 dCa ISE combinado – Substituir/preencher com eletró-lito 12

6.2 Limpar o eletrodo íon-seletivo 12

6.3 Testar o dCa ISE combinado 13

7 dCa ISE combinado – solução de problemas 14

8 Eletrodo – Eliminação 15

9 Dados técnicos 16

9.1 Condições ambientais 16

9.2 dCa ISE combinado – Dimensões 16

9.3 dCa ISE combinado – carcaça 16

9.4 Eletrodo íon-seletivo – especificações das conexões 16

9.5 dTrodes – Especificações de exibição 17

9.6 dCa ISE combinado – especificações de medição 17

9.7 dTrode – Comutação de medição analógica 17

10 Anexo 19

10.1 Informações adicionais 19

10.2 Vida útil do dCa ISE com membrana polimérica 19

1 Visão geral

1.1 dCa ISE combinado – descrição do produto

O dCa ISE combinado é um eletrodo de membrana de polímero combinado seletivo de cálcio com membrana com proteção contra choque para a titulação, medição direta e adição de padrão. O dCa ISE combinado é um dTrode (eletrodo digital) para OMNIS.

1.2 dCa ISE combinado – Visão geral

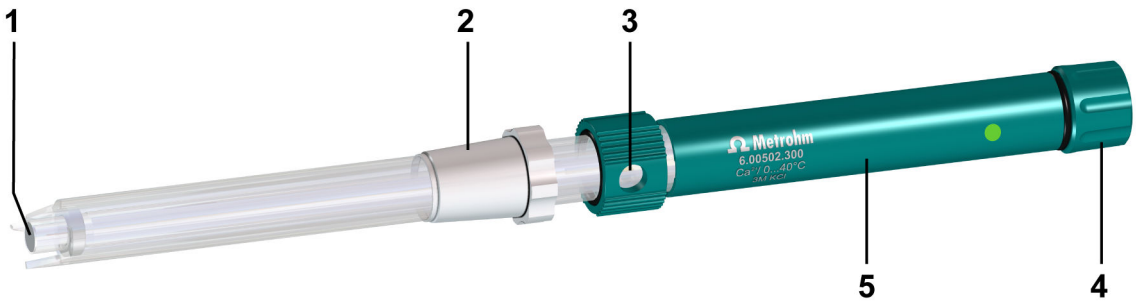


Figura 1 dCa ISE combinado

1	**Superfície do sensor**	**2**	**Manga da abertura RN 14/15, deslizável**
3	**Abertura de enchimento**	**4**	**Tampa de proteção**
5	**Cabeça do eletrodo**		

2 Descrição do funcionamento

2.1 Eletrodo íon-seletivo - Descrição do funcionamento

Um eletrodo íon-seletivo somente é ativado em um determinado íon na solução e, em uma situação ideal, não indica nenhuma alteração de potencial na presença de outros íons.

Os íons de medição da solução da amostra atingem a superfície da membrana do eletrodo íon-seletivo, após o tempo correspondente cria-se um equilíbrio. Forma-se um potencial eletroquímico entre a solução de medição e a membrana.

3 Entrega e embalagem

3.1 Entrega

Verificar a entrega imediatamente após o recebimento:

- Verificar se a entrega está completa utilizando a nota de entrega.
- Verificar se há danos no produto.
- Se a entrega estiver incompleta ou danificada, entre em contato com o representante da Metrohm local.

3.2 Embalagem

O produto e os acessórios são entregues em uma embalagem especial de proteção. Certificar-se de guardar esta embalagem, para garantir o transporte seguro do produto. Se houver um parafuso de fixação para transporte, este deve ser guardado e reutilizado.

3.3 Desembalar e verificar o sensor

Os sensores defeituosos devem ser enviados para avaliação da garantia dentro de dois meses (contados a partir do dia da entrega).

Acessórios necessários:

- Ferramenta para sensores instalados fixamente (fornecida)

1 Desempacotar o sensor

Retirar da embalagem o sensor com o recipiente de conservação.

2 Remover o recipiente de conservação

AVISO

Em uma aplicação incorreta, o sensor pode se soltar de maneira abrupta ou partes do sensor podem ser danificadas.

Isso torna o sensor inutilizável e ele deve ser substituído.

Medidas para evitar que isso ocorra:

- Evitar o excesso de pressão sobre a ferramenta.
- Observar o direção do movimento da ferramenta.

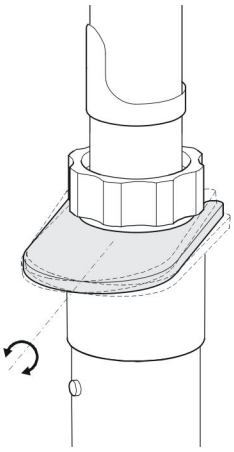


Figura 2 Soltar o sensor do recipiente de conservação

- Segurar o sensor e o recipiente de conservação com uma mão para que o sensor não escorregue.
- Posicionar a ferramenta entre o recipiente de conservação e a manga da abertura.
- Mover a ferramenta **cuidadosamente** de um lado para o outro até que o sensor se solte.
  Não mover para a frente a ferramenta!

Se o sensor apresentar problemas ou danos claramente visíveis, ele já é considerado defeituoso e deve ser enviado. O passo 3 não é necessário neste caso.

3 Verificar o funcionamento do sensor

- **Preparar o sensor:**
  (ver "Preparar o dCa ISE combinado", página 6)
- **Verificar o sensor:**
  (ver "Testar o dCa ISE combinado", página 13)

3.4 Armazenar dCa ISE combinado

1 Por um período curto

- Rosquear a tampa de proteção *(1-**4**)* na cabeça do eletrodo *(1-**5**)*.
- Armazenar o eletrodo no recipiente de conservação. Ao fazer isso, a superfície do sensor *(1-**1**)* deve ficar submersa na solução de armazenamento.

Utilizar o cloreto de cálcio 0,01 mol/L como solução de armazenamento.

2 Por um período longo

- Rosquear a tampa de proteção *(1-**4**)* na cabeça do eletrodo *(1-**5**)*.
- Enxaguar o eletrodo e secar o encabadouro externo do eletrodo.

A Metrohm recomenda manter um pouco de umidade residual entre o tubo interno e as 3 abas de proteção, para manter o eletrodo operacional.

4 Instalação

4.1 Preparar o dCa ISE combinado

O eletrodo íon-seletivo deve ser preparado nos seguintes casos:

- Antes da primeira utilização
- após pausas mais longas
- entre titulações por precipitação

AVISO

Manuseio incorreto do eletrodo

O eletrodo torna-se inutilizável e ele deve ser substituído.

Medidas para evitar que isso ocorra:

- Não tocar a superfície do sensor com os dedos.
- Não deixar o eletrodo em água destilada.
- Não esfregar o eletrodo depois de enxaguar.
- Não colocar o eletrodo em contato com solventes orgânicos.

Limpar o eletrodo

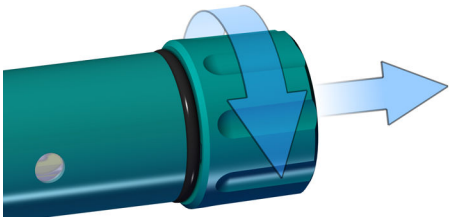
1 Lavar o eletrodo com água destilada.

Na maioria das amostras, o eletrodo está pronto para uso imediato e não necessita de nenhuma preparação especial.

O eletrodo é fornecido com cloreto de cálcio 3 mol/L como eletrólito de referência. Caso o eletrodo seja utilizado para uma aplicação com titulação de cloreto paralela, o eletrólito de referência deve ser trocado para nitrato de amônia 1 mol/L.

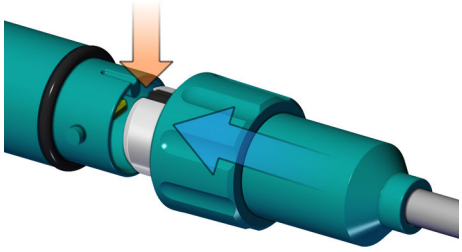
Conectar o eletrodo

1 Desrosquear a tampa de proteção *(1-**4**)*.



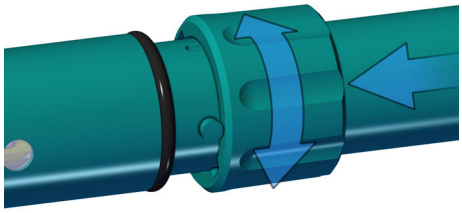
2 Posicionar a conexão do cabo na cabeça do eletrodo, de modo que a ranhura na conexão do cabo esteja sobre o ressalto da cabeça do eletrodo (seta laranja).

Inserir a tomada da conexão do cabo no plugue situado dentro da cabeça do eletrodo.

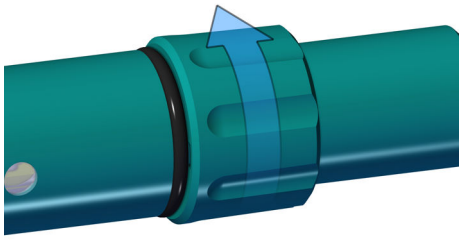


3 Deslizar o anel externo da conexão do cabo sobre a cabeça do eletrodo.

Verificar se os ressaltos de guia da cabeça do eletrodo estão posicionados nas ranhuras da conexão do cabo.



4 Deslizar a conexão do cabo sobre a cabeça do eletrodo até que encaixe no lugar.



Para preparar o eletrodo durante o funcionamento ou para substituir um eletrodo, o eletrodo deve ser retirado da cabeça de titulação e o cabo do eletrodo deve ser removido.

Para remover o cabo, segure a conexão do cabo, **não** puxe o cabo.

4.2 Montar o sensor

O sensor deve estar assentado com firmeza na cabeça de titulação.

Em procedimentos automáticos, deixar uma folga suficiente para os cabos.

Durante a titulação é importante que a solução seja bem misturada. A velocidade de agitação deve ser elevada o suficiente para que se forme um pequeno vórtice. Se a velocidade de agitação for muito elevada, serão aspiradas bolhas de ar. Essas bolhas podem provocar valores medidos incorretos. Uma velocidade de agitação baixa demais faz com que a solução se misture lentamente, aumentando assim o tempo de resposta ou o tempo da titulação.

Para que, após a adição de titulante, a medição seja efetuada em uma solução bem misturada, a ponta de titulação deve estar em um ponto onde a turbulência seja elevada. Além disso, o percurso entre a adição de titulante e o sensor deve ser o maior possível. Leve em consideração a direção de agitação (sentido anti-horário ou sentido horário) durante o posicionamento do sensor e da ponta de titulação.

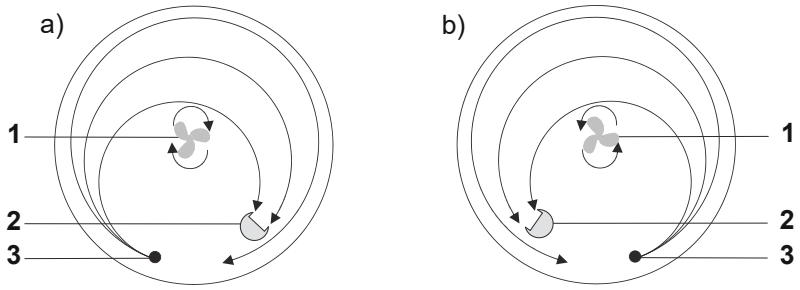


Figura 3 Disposição esquemática do agitador mecânico, do sensor e da ponta de titulação durante uma titulação. a) Direção de agitação no sentido horário, b) Direção de agitação no sentido anti-horário.

1	**Agitador mecânico**	**2**	**Sensor**
3	**Ponta de titulação**		

5 Operação e funcionamento

5.1 dCa ISE combinado – Procedimentos de medição

Titulação

Os eletrodos íon-seletivos são adequados para a titulação potenciométrica. As curvas de titulação resultantes são geralmente em forma de S e podem ser avaliadas facilmente por tituladores automáticos.

Você pode obter dicas sobre aplicações para trabalhar com eletrodos íon-seletivos em *www.metrohm.com*.

Medição direta com calibração

Dependendo da curva de calibração, é interpolada uma atividade de íons da amostra. Criar a curva de calibração com soluções padrão. A atividade de íons que deve ser esperada na amostra deve estar situada na faixa de concentração média da solução padrão.

Como normalmente deve ser determinada a concentração de um íon (e não a atividade de íons), utilizar uma força iônica fixa. A força iônica é medida em uma solução ISA (Ionic Strength Adjuster) ou em uma solução TISAB (Total Ionic Strength Adjustment Buffer). As soluções ISA/TISAB têm uma força iônica elevada, de modo que as diferentes participações dos íons de medição na força iônica são insignificantes.

No caso do cálcio, utilizar preferencialmente uma solução de cloreto de potássio de 1 mol/L.

Medir as amostras e os padrões de calibração sob condições de medição idênticas. A temperatura da solução padrão e da solução da amostra devem ser iguais, tanto quanto possível, e a temperatura durante a medição deve variar o menos possível.

- Para obter resultados confiáveis, executar periodicamente (por exemplo diariamente) uma medição de controle com um padrão de calibração.
- Caso seja detectado um desvio intolerável, criar uma nova curva de calibração.

Adição de padrão / subtração de padrão

Na adição de padrão é acrescentada uma quantidade definida do íon que deve ser determinada para um volume conhecido da amostra (em vários passos). Nesse caso, normalmente trabalha-se em soluções ISA/TISAB. É possível calcular a concentração desconhecida por meio das diferenças de tensão entre a amostra e a amostra com solução padrão adicionada. O cálculo é executado automaticamente por medidores de íons modernos.

O volume das soluções padrão adicionadas deve corresponder a no máximo 25% do volume de amostra e sua concentração deve ser tão alta

quanto possível (para que os efeitos de diluição possam ser desprezados). As diferenças de tensão entre os incrementos devem ser constantes e de pelo menos 10 mV. Evitar as diferenças de temperatura entre a solução padrão e a solução da amostra. Além disso, executar pelo menos 3 adições.

Em uma subtração padrão é adicionada uma solução que remove o íon que deve ser determinado (formação complexa ou precipitação). Caso contrário, aplicam-se as mesmas condições da adição de padrão. No entanto, esse método é utilizado raramente apenas.

6 Manutenção

6.1 dCa ISE combinado – Substituir/preencher com eletrólito

1. Abrir a abertura de enchimento *(1-**3**)* girando-a.
2. Esvaziar o eletrodo com uma pipeta de plástico.
3. Enxaguar a parte interior do eletrodo com o eletrólito novo.
4. Preencher o eletrodo com eletrólito até a abertura de enchimento.
5. Fechar a abertura de enchimento *(1-**3**)*.

6.2 Limpar o eletrodo íon-seletivo

AVISO

Danos no eletrodo íon-seletivo causados por ultrassom.

O eletrodo torna-se inutilizável e ele deve ser substituído.

Medidas para evitar que isso ocorra:

- **Nunca** fazer a limpeza do eletrodo em um banho de ultrassom.

1. Após cada medição ou titulação, lavar o eletrodo com água destilada.
2. Verifique se a superfície de medição do eletrodo está limpa.

   Antes da medição, a superfície sempre deve estar limpa.

6.3 Testar o dCa ISE combinado

1. Medir a solução padrão $c(Ca^{2+}) = 10^{-4}$ mol/L e anotar o potencial.
2. Medir a solução padrão $c(Ca^{2+}) = 10^{-3}$ mol/L e anotar o potencial.
3. Calcular as alterações de potencial a partir dos 2 potenciais medidos anteriormente:

   O valor deve ser 23,7 mV (a 25 °C) no mínimo (80% do slope teórico).

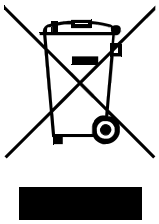
   Caso o valor não seja atingido, substituir o eletrodo.

7 dCa ISE combinado – solução de problemas

Caso as falhas voltem a ocorrer ou ocorram novas falhas, verificar se os seguintes pontos foram cumpridos:

- O cabo do eletrodo está corretamente rosqueado e encaixado?
- O cabo do eletrodo tem capacidade operacional?
- A superfície do sensor está limpa e intacta?
- O eletrodo é novo? Informações sobre a vida útil: *(ver capítulo 10.2, página 19)*

8 Eletrodo – Eliminação



Eliminar os produtos químicos e os produtos de forma adequada para reduzir os impactos negativos sobre o meio ambiente e a saúde.

Para a eliminação do eletrodo, execute o seguinte procedimento:

1. Remover o eletrólito do eletrodo com uma pipeta de plástico.
2. Eliminar o eletrólito de acordo com as determinações locais.
3. Descartar o eletrodo para reciclagem de lixo eletrônico.

As autoridades locais, serviços de eliminação ou revendedores fornecem informações mais precisas sobre a eliminação. Para a eliminação adequada de resíduos de equipamentos elétricos e eletrônicos dentro da União Europeia, observar a Diretiva WEEE (Waste Electrical and Electronic Equipment).

9 Dados técnicos

9.1 Condições ambientais

Intervalo nominal de funcionamento	de +5 até +45 °C	com umidade relativa do ar máxima de 80%, sem condensação
Armazenamento	de +5 até +45 °C	

9.2 dCa ISE combinado – Dimensões

Medidas

Diâmetro da abertura	12 mm
Comprimento máximo de instalação	113 mm

9.3 dCa ISE combinado – carcaça

Materiais

Material do encabadouro	PMMA	Polimetilmetacrilato
	PP	Polipropileno
Tubo interior	PMMA	Polimetilmetacrilato

9.4 Eletrodo íon-seletivo – especificações das conexões

Conexão	Cabeça de encaixe Q Metrohm

9.5 dTrodes – Especificações de exibição

Indicação de status	LED	verde-vermelho

9.6 dCa ISE combinado – especificações de medição

Faixa de pH	de 0 até 12
Faixa de temperatura	de 0 até 40 °C
Faixa de medição	
Concentração de íons	$5*10^{de\ -7}$ até 1 mol/L
Profundidade de imersão mínima	10 mm

9.7 dTrode – Comutação de medição analógica

Potenciométrico		
Faixa de medição	de –1.900 até +1.900 mV	
Resolução	1,28 µV	
Precisão de medição	±0,5 mV	na faixa de medição de –1.900 até +1.900 mV
Resistência de entrada	$\geq 1*10^{12}\ \Omega$	
Corrente offset	$\leq \pm 1*10^{-12}$ A	
Temperatura		
Pt1000		
Faixa de medição	de –150 até +250 °C	
Resolução	aprox. 0,002 °C	
Precisão de medição	±0,4 °C	na faixa de medição de –20,0 até +150,0 °C
Condições de referência		
Umidade relativa do ar	≤ 60%	

Temperatura ambiente	+25 °C (±3 °C)	
Status do equipamento		mín. 30 minutos em funcionamento

Precisão de medição

vale para todas as faixas de medição sem erro do sensor, sob condições de referência, intervalo de medição 100 ms

Válido nos contatos de medição da comutação de medição analógica montada no sensor. Essas conexões não são acessíveis no estado montado.

10 Anexo

10.1 Informações adicionais

Soluções ISA/TISAB

Tabela 1 Soluções ISA/TISAB

Íon de medição	ISA/TISAB	Para solução de 100 mL	Observações
Ca^{2+}	KCl 1 mol/L	7,46 g	

Íons de interferência

Nas seguintes tabelas, são indicadas as concentrações dos íons de interferência em mol/L que geram um erro de análise de cerca de 10%.

Tabela 2 Íons de interferência

Íon de medição	Interferências
Ca^{2+}	$c(Na^{+}) < 0,24$; $c(K^{+}) < 0,4$; $c(Mg^{2+}) < 18$; $c(H^{+}) < 0,12$; $c(OH^{-}) < 0,11$; $c(Cu^{2+}) < 8 \cdot 10^{-2}$; $c(Pb^{2+}) < 3,5 \cdot 10^{-2}$; $c(Zn^{2+}) < 0,22$; $c(Fe^{2+}) < 0,45$

10.2 Vida útil do dCa ISE com membrana polimérica

A vida útil do eletrodo é limitada. A duração média de utilização em condições normais de laboratório é de aproximadamente seis meses. Esse valor varia muito em função da aplicação utilizada e da manutenção do eletrodo.

A vida útil também diminui se o eletrodo não for utilizado e somente permanecer armazenado.

Medidas para evitar a redução da vida útil:

- Não compre um estoque de eletrodos.
- Não armazene os eletrodos por longo tempo.
- Prescrições para armazenamento: *Página 16*
- Instruções sobre armazenamento: *(ver "Armazenar dCa ISE combinado", página 4)*

A Metrohm recomenda verificar regularmente os eletrodos armazenados: *(ver "Testar o dCa ISE combinado", página 13)*