dF ISE combinado

6.00500.300

Ficha informativa do sensor

8.0109.8010PT / v4 / 2023-07-06

Metrohm

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

dF ISE combinado

Ficha informativa do sensor

8.0109.8010PT / v4 /
2023-07-06

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 dF ISE combinado – Descrição do produto 1

1.2 dF 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 dF ISE combinado 4

4 Instalação 6

4.1 Preparar o dF ISE combinado 6

4.2 Montar o eletrodo 7

5 Operação e funcionamento 9

5.1 dF ISE combinado – Procedimentos de medição 9

6 Manutenção 11

6.1 dF ISE combinado – Substituir/preencher com eletró-lito 11

6.2 Limpar o eletrodo íon-seletivo 11

6.3 Testar o dF ISE combinado 12

7 dF ISE combinado – Resolução de falhas 13

8 Eletrodo – Eliminação 14

9 Dados técnicos 15

9.1 Condições ambientais 15

9.2 dF ISE combinado – Dimensões 15

9.3 dF ISE combinado – Carcaça 15

9.4 Eletrodo íon-seletivo – especificações das conexões 15

9.5 dTrodes – Especificações de exibição 16

9.6 dF ISE combinado – Especificações de medição 16

9.7 dTrode – Comutação de medição analógica 16

10 Informações adicionais 18

1 Visão geral

1.1 dF ISE combinado – Descrição do produto

O dF ISE combinado é um eletrodo íon-seletivo combinado de membrana de cristal para a titulação, medição direta e adição de padrão.

O dF ISE combinado é um dTrode (eletrodo digital), que pode ser conectado a equipamentos OMNIS através de um Measuring Module Digital.

1.2 dF ISE combinado – Visão geral

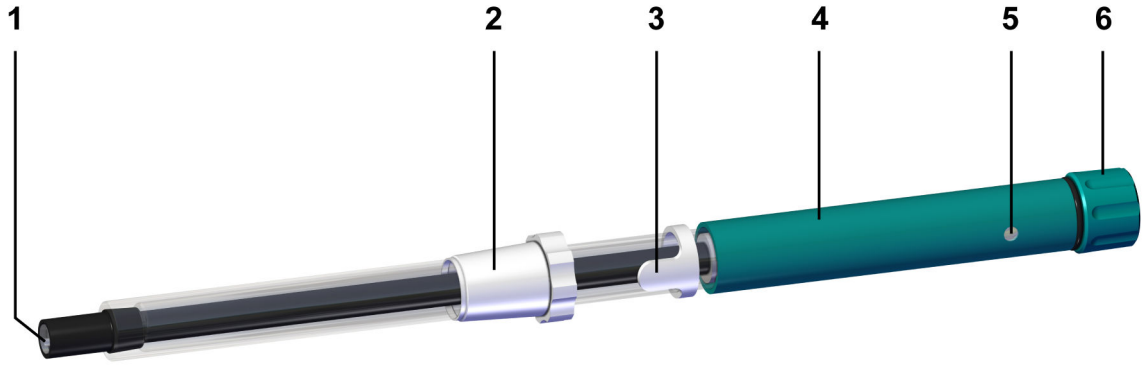


Figura 1 dF ISE combinado

1	**Superfície do sensor**	**2**	**Manga da abertura RN 14/15, deslizável**
3	**Abertura de enchimento (com tampa de fundo)**	**4**	**Cabeça do eletrodo**
5	**Indicação de status**	**6**	**Tampa de proteção**

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

AVISO

Evitar excesso de pressão sobre a ferramenta. Caso contrário, o sensor poderia se soltar de modo muito abrupto.

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

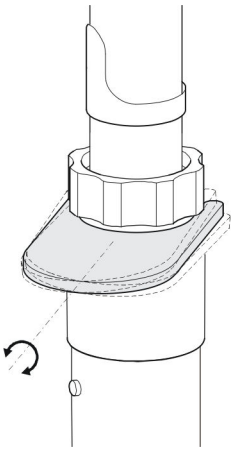


Figura 2 Soltar o sensor do recipiente de conservação

- 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 a ferramenta para cima!

3 Verificar o funcionamento do sensor

- **Preparar o sensor:**
  (ver "Preparar o dF ISE combinado", página 6)
- **Testar o eletrodo:**
  (ver "Testar o dF ISE combinado", página 12)

3.4 Armazenar dF ISE combinado

1 Por um período curto

- Rosquear a tampa de proteção *(1-**6**)* na cabeça do eletrodo *(1-**4**)*.
- Armazenar o eletrodo no recipiente de conservação. Ao fazer isso, a superfície do sensor *(1-**1**)* deve ficar submersa na solução de armazenamento.

Utilizar fluoreto de sódio 0,1 mol/ L como solução de armazenamento.

2 Por um período longo

Rosquear a tampa de proteção *(1-**6**)* na cabeça do eletrodo *(1-**4**)* e o eletrodo em eletrólito de referência.

Como eletrólito de referência, usar cloreto de cálcio 3 mol/L.

4 Instalação

4.1 Preparar o dF ISE combinado

Antes da primeira utilização, após pausas longas ou entre titulações de precipitação, o eletrodo íon-seletivo deve ser preparado.

CUIDADO

Manuseio incorreto

O eletrodo apenas funciona sem problemas se for manuseado corretamente. Siga as seguintes instruções:

- Não tocar a superfície do sensor com os dedos.
- Não deixar o eletrodo por longo tempo na água destilada.
- Não esfregar o eletrodo depois de enxaguar.

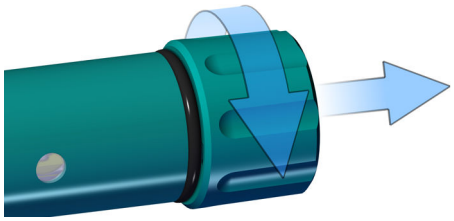
1 Limpar a superfície do sensor

Limpar a superfície do sensor *(1-**1**)* com um produto de limpeza altamente alcalino (p. ex. Deconex universal ou pasta de dente).

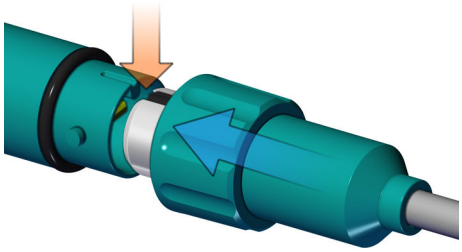
Não polir o eletrodo com o kit de polimento 6.2802.000!

2 Conectar o eletrodo

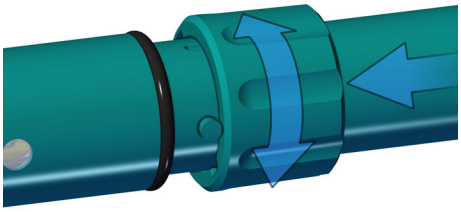
- Desrosquear a tampa de proteção *(1-**6**)*.



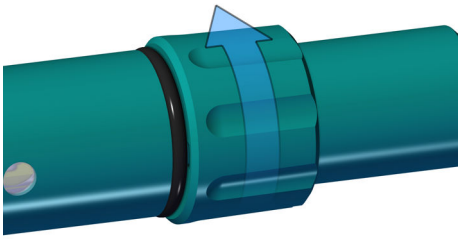
- Posicionar o conector do cabo na cabeça do eletrodo de tal modo, que a ranhura do conector do cabo esteja sobre o ressalto da cabeça do eletrodo.



- Introduzir o cabo do eletrodo na cabeça do eletrodo. Nisso, girar a manga do cabo do eletrodo, até que as ranhuras da manga deslizem sobre os ressaltos guia da cabeça do eletrodo.



- Introduzir o cabo do eletrodo até o engate.
- Girar a manga no sentido horário até ela engatar.



Remoção do cabo

1. Soltar a manga.
2. Segurar o cabo do eletrodo pela manga e puxar com cuidado da cabeça do eletrodo.

Não puxar pelo cabo.

4.2 Montar o eletrodo

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

Em procedimentos totalmente automáticos, deixar uma folga suficiente para o cabo.

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 eletrodo deve ser o maior possível. Leve em consideração também o sentido da agitação (sentido anti-horário ou sentido horário) durante o posicionamento dos eletrodos ou da ponta de titulação.

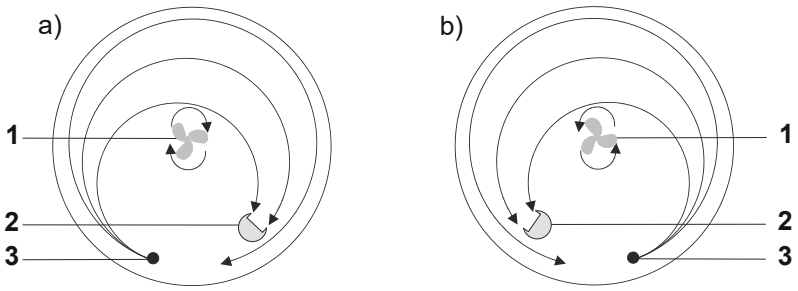


Figura 3 Disposição esquemática do agitador mecânico, dos eletrodos e da ponta de titulação durante uma titulação. a) Agitação no sentido horário, b) Agitação no sentido anti-horário.

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

5 Operação e funcionamento

5.1 dF ISE combinado – Procedimentos de medição

Titulação

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

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

Medição direta com calibração

Dependendo da curva de calibração, é interpolada uma atividade de íons da amostra. A curva de calibração é criada 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 sua atividade iônica), é utilizada 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.

Para fluoreto usa-se preferencialmente TISAB IV, uma mistura de cloreto de sódio, ácido acético e complexona IV (CDTA).

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

Para que se obtenham resultados confiáveis, deve ser executada uma medição de controle periodicamente (por exemplo diariamente) com um padrão de calibração. Caso sejam detectadas variações intoleráveis, deve ser criada 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 pelo menos 25% do volume da amostra e a 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 aproximadamente constantes e de pelo menos 10 mV. Devem ser evitadas diferenças de temperatura entre a solução padrão e a solução da amostra. Além disso, é preciso executar pelo menos três adições.

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

6 Manutenção

6.1 dF ISE combinado – Substituir/preencher com eletrólito

Acessórios necessários:

- Solução de eletrólito
- Pipetas plásticas, bandejas coletoras

1. Abrir a abertura de enchimento *(1-**3**)*.
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

1. Após cada medição ou titulação, lavar o eletrodo com água destilada.

   Nunca submeter o eletrodo a um banho de ultrassom. O eletrodo poderia ser danificado durante esse processo.

   Antes da medição, a superfície sempre deve estar limpa.

6.3 Testar o dF ISE combinado

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

   O valor deve ser no **mín. 47,3 mV** (a 25 °C) (80% do slope teórico).

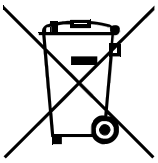
   Caso o valor mínimo não seja atingido, o eletrodo deverá ser substituído.

7 dF ISE combinado – Resolução de falhas

Caso as falhas voltem a ocorrer, ou ocorram novas falhas, certifique-se de que 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?

8 Eletrodo – Eliminação



Este produto segue a diretiva europeia, WEEE – Diretiva relativa à eliminação e reciclagem de aparelhos elétricos e eletrônicos.

O descarte correto de seu equipamento usado ajuda a evitar danos ao meio-ambiente e à saúde.

Proceda da seguinte forma para descartar o eletrodo:

1 Esvaziar o eletrólito

Remover o eletrólito do eletrodo com uma pipeta de plástico.

2 Eliminar o eletrólito

Eliminar o eletrólito de acordo com as determinações locais.

3 Eliminar o eletrodo

Descartar o eletrodo para reciclagem de lixo eletrônico.

Detalhes sobre a eliminação do seu produto usado podem ser obtidos das autoridades locais, de um serviço de descarte de resíduos ou do seu fornecedor.

9 Dados técnicos

9.1 Condições ambientais

Intervalo nominal de funcionamento	de +5 até +40 °C	com umidade relativa do ar máxima de 80%, sem condensação
Armazenamento	de +5 até +40 °C	

9.2 dF ISE combinado – Dimensões

Medidas

Diâmetro da abertura	12 mm
Comprimento máximo de instalação	125 mm

9.3 dF ISE combinado – Carcaça

Materiais

Material do encabadouro	Vidro
Tubo interior	PPS (sulfeto de p-fenileno)

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 dF ISE combinado – Especificações de medição

Faixa de pH	de 5 até 7
Faixa de temperatura	de 0 até 40 °C
Faixa de medição	
Concentração de íons	$1*10^{-6}$ mol/L até saturado
Profundidade de imersão mínima	20 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 Informações adicionais

Soluções ISA/TISAB

Tabela 1 Soluções ISA/TISAB

Íon de medição	ISA/TISAB	Para solução de 100 mL	Observações
F^-	NaCl	5,84 g	Com c(NaOH) = 8 mol/L, ajustar pH 5,5 (AB-082).
	Ácido acético	5,75 mL	
	Trans-1, 2-diaminociclohexano--N, N, N', N'-tetraacético monoidrato (CDTA, complexona IV)	0,45 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
F^-	$c(OH^-) < 10^{-4}$