OMNIS Coulometer

2.1018.0xx0

Manual do produto

8.1018.8002PT / 2024-04-30

Metrohm

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

OMNIS Coulometer

2.1018.0xx0

Manual do produto

8.1018.8002PT /
2024-04-30

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

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

Esta documentação é um documento original.

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 da Metrohm estará excluída.

Índice

1 Visão geral 1

1.1 OMNIS Coulometer – Descrição do produto ... 1

1.2 OMNIS Coulometer – Variantes de produto ... 1

1.3 Informações sobre a documentação ... 2

1.4 Informações adicionais ... 3

1.5 Exibir acessórios ... 3

2 Segurança 4

2.1 Aplicação devida ... 4

2.2 Responsabilidade do operador ... 4

2.3 Requisitos ao pessoal de operação ... 5

2.4 Notas de segurança ... 5

2.4.1 Perigo de tensão elétrica ... 5

2.4.2 Perigos causados por substâncias perigosas biológicas e químicas ... 6

2.4.3 Perigos causados por substâncias altamente inflamáveis ... 6

2.4.4 Perigos causados por vazamentos de líquidos ... 6

2.4.5 Perigos no transporte do produto ... 7

2.5 Concepção de avisos de advertência ... 7

2.6 Significado dos símbolos de advertência ... 8

3 Descrição do funcionamento 9

3.1 OMNIS Coulometer – Visão geral ... 9

3.1.1 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Variantes ... 10

3.1.2 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Visão geral ... 11

3.2 OMNIS Coulometer – Descrição do funcionamento ... 12

3.2.1 Agitador magnético – Descrição do funcionamento ... 13

3.2.2 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Descrição do funcionamento ... 13

3.3 Equipamento principal OMNIS – Elementos indicadores e elementos de operação ... 14

3.4 Sistema – Sinais ... 15

3.5 OMNIS Coulometer – Interfaces ... 16

4 Entrega e embalagem 19

4.1 Entrega ... 19

4.2 Embalagem ... 19

5 Instalação 20

5.1 Instalação pela Metrohm ... 20

5.2 Local da instalação ... 20

5.3 Montar acessório agitador magnético ... 20

5.4 Encher cartucho de adsorção ... 22

5.5 Equipar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica ... 26

5.6 Encher a célula de titulação Karl Fischer coulométrica ... 27

5.7 Montar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica ... 29

5.8 Conectar eletrodos ... 30

5.9 Encaixar o cabo de energia ... 32

6 Colocação em funcionamento 34

6.1 Primeira colocação em funcionamento pela Metrohm ... 34

7 Titulação coulométrica 35

7.1 OMNIS Coulometer – Princípio de coulometria conforme Karl Fischer ... 35

7.2 OMNIS Coulometer – Trabalhar com padrões de água ... 36

7.3 OMNIS Coulometer – Adição de amostra ... 36

7.4 OMNIS Coulometer – Condições de trabalho ideais ... 38

8 Operação e funcionamento 40

8.1 Operação ... 40

8.1.1 Ligar e desligar ... 40

8.2 Agitador magnético – operação ... 41

8.2.1 Ligar e desligar o agitador magnético ... 41

8.2.2 Ajustar o agitador magnético ... 42

8.3 Troca do reagente ... 43

8.3.1 Troca do reagente com dosador ... 43

8.3.2 Troca do reagente com OMNIS Solvent Module ... 45

8.3.3 Troca do reagente manual ... 48

9 Manutenção 50

9.1 Manutenção ... 50

9.2 Limpar a superfície do produto ... 50

10 Solução de problemas 52

10.1 Titulação Karl Fischer ... 52

10.2 Forçar o desligamento 54

11 Eliminação 55

12 Dados técnicos 56

12.1 Condições ambientais 56

12.2 OMNIS Coulometer – Alimentação de energia 56

12.3 OMNIS Coulometer – Dimensões 57

12.4 Agitador magnético – Dimensões 57

12.5 OMNIS Coulometer – Carcaça 57

12.6 Agitador magnético – Carcaça 58

12.7 Especificações da operação 58

12.8 Especificações da operação 58

12.9 Especificações das conexões 59

12.10 Especificações de exibição 60

12.11 Especificações do gerador de corrente 61

12.12 Especificações de medição 61

12.13 Agitador magnético – Especificações 63

1 Visão geral

1.1 OMNIS Coulometer – Descrição do produto

O OMNIS Coulometer é o equipamento central de um sistema de titulação OMNIS para titulações Karl Fischer coulométricas. Com o auxílio dos respectivos acessórios, podem ser executadas titulações Karl Fischer coulométricas para a determinação do teor de água.

Informações sobre aplicações especiais podem ser encontradas nos "Application Bulletins" e nas "Application Notes" que podem ser solicitados gratuitamente ao representante da Metrohm local. Além disso, há disponíveis diversas monografias sobre os temas de técnica de titulação e eletrodos.

1.2 OMNIS Coulometer – Variantes de produto

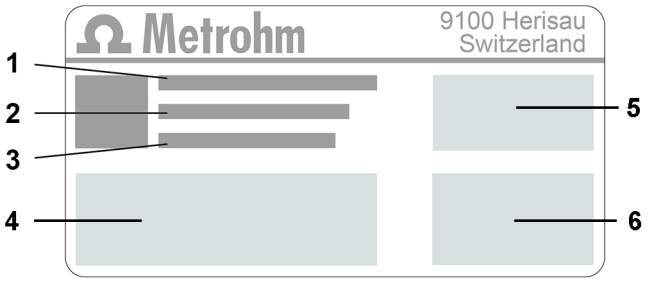
O produto está disponível nas seguintes variantes:

Tabela 1 Variantes de produto

Número de artigo	Designação	Característica da variante
2.1018.0010	OMNIS Coulometer	sem agitador magnético
2.1018.0020	OMNIS Coulometer	com agitador magnético integrado

As informações sobre licenças de funcionamento podem ser encontradas no *website da Metrohm* ou junto ao representante da Metrohm local.

A plaqueta de identificação contém o número de artigo e o número de série para identificação do produto:



1 **(01) = Número de artigo de acordo com o padrão GS1**

2 **(21) = Número de série**

3	**(240) = Número de artigo Metrohm**	**4**	**Certificação**
5	**Certificação**	**6**	**Dados técnicos**

1.3 Informações sobre a documentação

Possíveis apresentações na documentação:

Apresentação	Significado
*(5-**12**)*	Referência cruzada em legenda de figura (Número da figura - ***item na figura***)
1	Etapa de instrução
Método	Parâmetros, pontos do menu, guias e diálogos
Arquivo ▶ Novo	Caminho do menu
[Próximo]	Botão ou tecla
	Informações complementares sobre o texto de descrição
	Aviso Em gráficos, as molduras ou setas em cor laranja indicam a referência ao texto de descrição. Além disso, os elementos em questão também podem estar coloridos em laranja.
	Movimento Em gráficos, as setas em cor azul mostram a direção do movimento. Além disso, os elementos a mover também podem estar coloridos em azul.

1.4 Informações adicionais

Nas páginas a seguir, há disponíveis informações adicionais sobre o produto:

- Website da Metrohm *https://www.metrohm.com* – Documentos PDF, visão geral da família de produtos, informações sobre aplicações e informações do acessório.
- Metrohm Knowledge Base *https://guide.metrohm.com* – Conteúdos individuais filtrados por temas, vídeos de instruções, informações sobre o OMNIS Software.

1.5 Exibir acessórios

Você pode encontrar informações atuais sobre o material entregue e os acessórios opcionais no website da Metrohm.

1 Procurar produtos no website

- Ir ao website *https://www.metrohm.com*.
- Clicar em 🔍.
- Indicar o número de artigo do produto no campo de busca (p. ex. **2.1001.0010**) e pressionar **[Enter]**.

O resultado da busca é exibido.

2 Exibir informações do produto

- Para exibir os produtos adequados ao termo de pesquisa, clicar nos **Modelos de produtos**.
- Clicar no produto desejado.

São exibidas informações detalhadas sobre o produto.

3 Exibir acessórios e baixar lista de acessórios

- Para exibir o acessório, rolar para baixo até **Acessórios e mais**.
  - O **Material entregue** é exibido.
  - Para os acessórios opcionais, clicar em **[Peças opcionais]**.
- Para baixar a lista de acessórios, ir para **Acessórios e mais** e clicar em **[Download do PDF de acessórios]**.

ℹ A Metrohm recomenda que você guarde a lista de acessórios para servir de referência.

2 Segurança

2.1 Aplicação devida

Os produtos da Metrohm são utilizados para análise e manuseio de produtos químicos.

Portanto, a utilização requer que o usuário tenha conhecimentos básicos e experiência no manuseio de produtos químicos. Além disso, é necessário possuir conhecimentos sobre a aplicação das medidas de proteção contra incêndio prescritas para laboratórios.

A observância desta documentação técnica e o cumprimento dos requisitos de manutenção constituem um componente fundamental da aplicação devida.

Qualquer utilização divergente da aplicação devida, ou de qualquer outro tipo, é considerada um uso incorreto.

Informações sobre os valores operacionais e valores limite de cada produto estão contidas na seção "Dados técnicos", caso sejam relevantes.

Durante o funcionamento, a ultrapassagem ou descumprimento dos valores limite mencionados acarreta riscos a pessoas e componentes. O fabricante não assume nenhuma responsabilidade por danos causados pelo descumprimento desses valores limite.

A declaração de conformidade perderá a sua validade se forem feitas alterações nos produtos e/ou componentes.

2.2 Responsabilidade do operador

O operador deve garantir que as normas básicas sobre segurança no trabalho e prevenção de acidentes em laboratórios químicos sejam observadas. O operador tem as seguintes responsabilidades:

- Instruir o pessoal no manuseio seguro do produto.
- Treinar o pessoal no uso do produto de acordo com a documentação do usuário (p. ex., instalar, operar, limpar, eliminar falhas).
- Treinar o pessoal sobre normas básicas de segurança ocupacional e prevenção de acidentes.
- Fornecer equipamento de proteção pessoal (p. ex., óculos de proteção, luvas).
- Disponibilizar ferramentas e equipamentos apropriados para realizar seguramente os trabalhos.

O produto só pode ser usado em perfeitas condições. As seguintes medidas são necessárias para garantir o funcionamento seguro do produto:

- Verificar o estado do produto antes do uso.
- Solucionar falhas e defeitos imediatamente.
- Fazer a manutenção do produto e limpá-lo regularmente.

2.3 Requisitos ao pessoal de operação

Somente pessoal qualificado pode operar o produto. Pessoal qualificado são pessoas que cumprem os seguintes requisitos:

- As normas básicas sobre segurança no trabalho e prevenção de acidentes para laboratórios químicos são conhecidas e cumpridas.
- Ter conhecimentos sobre o manuseio de produtos químicos perigosos. O pessoal tem a capacidade de detectar e evitar possíveis perigos.
- Ter conhecimentos sobre a utilização das medidas de proteção contra incêndio para laboratórios.
- As informações relevantes para a segurança são transmitidas e compreendidas. O pessoal sabe operar o produto com segurança.
- A documentação do usuário foi lida e compreendida. O pessoal opera o produto de acordo com as especificações contidas na documentação do usuário.

2.4 Notas de segurança

2.4.1 Perigo de tensão elétrica

O contato com a tensão elétrica pode causar ferimentos graves ou levar à morte. Para evitar um perigo de tensão elétrica, observar o seguinte:

- Só operar o produto quando este estiver em perfeitas condições. A carcaça também deve estar intacta.
- Utilizar o produto somente com as coberturas instaladas. Se as coberturas estiverem danificadas ou faltando, desconectar o produto da alimentação de energia e entrar em contato com o representante técnico da Metrohm local.
- Proteger os componentes condutores de corrente (p. ex., fonte de alimentação, cabo de energia, tomadas de conexão) contra a umidade.
- Os trabalhos de manutenção e reparos em componentes elétricos devem ser realizados sempre por um representante técnico da Metrohm local.
- Desconectar o produto da alimentação de energia imediatamente se ocorrer pelo menos um dos seguintes casos:
  - A carcaça está danificada ou aberta.
  - As peças condutoras de tensão estão danificadas.
  - Há infiltração de umidade.

2.4.2 Perigos causados por substâncias perigosas biológicas e químicas

O contato com substâncias perigosas biológicas pode causar envenenamento por toxinas ou infecções causadas por microrganismos. O contato com substâncias químicas agressivas pode causar envenenamentos ou queimaduras químicas. Para evitar perigos causados por substâncias perigosas biológicas ou químicas, observar o seguinte:

- Identificar o produto de acordo com os regulamentos se ele for usado para substâncias que têm potencial de risco químico e estão geralmente sujeitas à Portaria sobre Substâncias Perigosas.
- Usar equipamento de proteção individual (p. ex., óculos de proteção, luvas).
- Usar um sistema de exaustão ao trabalhar com substâncias perigosas voláteis.
- Eliminar as substâncias perigosas de acordo com os regulamentos.
- Limpar e desinfetar as superfícies contaminadas.
- Utilizar apenas produtos de limpeza que não provoquem reações secundárias indesejadas aos materiais que devem ser limpos.
- Eliminar os materiais quimicamente contaminados (p. ex., por materiais de limpeza) de acordo com os regulamentos.
- Em caso de devolução à Metrohm AG ou a um representante da Metrohm local, proceder da seguinte forma:
  - Descontaminar o produto ou componente do produto.
  - Remover a identificação de substâncias perigosas.
  - Preparar uma declaração de descontaminação e anexá-la ao produto.

2.4.3 Perigos causados por substâncias altamente inflamáveis

O uso de substâncias ou gases altamente inflamáveis pode causar incêndios ou explosões. Para evitar perigos de substâncias levemente inflamáveis, observar o seguinte:

- Evitar fontes de ignição.
- Utilizar proteção de aterramento.
- Utilizar um dispositivo de sucção.

2.4.4 Perigos causados por vazamentos de líquidos

O vazamento de líquidos pode causar ferimentos e danificar o produto. Para evitar um perigo de vazamento de líquidos, observar o seguinte:

- Verificar regularmente o produto e os acessórios quanto a vazamentos e conexões soltas.
- Substituir imediatamente os componentes e elementos de ligação não estanques.
- Prender os elementos de ligação soltos.
- Não soltar as conexões de mangueira sob pressão.
- Não remover as mangueiras sob pressão.

- Puxar as extremidades das mangueiras com cuidado para fora dos recipientes.
- Deixar os líquidos das mangueiras escoarem para os recipientes adequados.
- Inserir as pontas das buretas completamente nos recipientes.
- Remover os líquidos vazados e eliminá-los de acordo com os regulamentos.
- Se houver suspeita de que tenha líquido tenha infiltrado no equipamento, desconectar o equipamento da alimentação de energia. Em seguida, mandar verificar o equipamento por um representante técnico da Metrohm local.

2.4.5 Perigos no transporte do produto

Substâncias químicas ou biológicas podem ser derramadas ao transportar o produto. Peças do produto podem cair e ser danificadas. Há risco de ferimento por substâncias químicas ou biológicas e cacos de vidro quebrados. Para garantir um transporte seguro, observar o seguinte:

- Remover peças soltas (p. ex., racks de amostras, recipientes de amostras, frascos) antes do transporte.
- Remover os líquidos.
- Elevar e transportar o produto segurando com as duas mãos na placa base.
- Elevar e transportar produtos pesados apenas de acordo com as instruções.

2.5 Concepção de avisos de advertência

A presente documentação utiliza avisos de advertência da forma explicada a seguir.

Estrutura

1. Gravidade do perigo (palavra de sinalização)
2. Tipo e fonte do perigo
3. Consequências ao negligenciar o perigo
4. Medidas para evitar o perigo

Níveis de perigo

A cor e a palavra de sinalização identificam os nível de perigo.

⚠ PERIGO

Designa uma ameaça imediata de perigo. Caso o perigo não seja evitado, ele causará mortes ou ferimentos graves.

ATENÇÃO

Designa uma possível ameaça de perigo. Caso o perigo não seja evitado, ele pode causar mortes ou ferimentos graves.

CUIDADO

Designa uma possível ameaça de perigo. Caso o perigo não seja evitado, ele pode causar ferimentos leves ou superficiais.

AVISO

Designa uma situação que pode causar danos. Caso a situação não seja evitada, o produto ou objetos no ambiente podem ser danificados.

2.6 Significado dos símbolos de advertência

Símbolos de advertência no produto ou na documentação indicam potenciais perigos ou chamam a atenção para determinadas condutas que contribuem para evitar acidentes ou danos.

Conforme a finalidade de utilização, o operador deve colocar símbolos de advertência adicionais no produto. As respectivas instruções do operador devem ser respeitadas.

Tabela 2 Símbolo de advertência segundo ISO 7010 (exemplos)

Símbolo de advertência / significado		Símbolo de advertência / significado	
	Símbolo geral de advertência		Alerta de superfície quente
	Alerta de objeto pontiagudo (corte / perfuração)		Alerta de ferimentos nas mãos (esmagamento)
	Alerta de tensão elétrica		Alerta de substâncias ácidas
	Alerta de radiação óptica		Alerta de raios laser
	Alerta de substâncias inflamáveis		Alerta de perigo biológico
	Alerta de substâncias venenosas		

3 Descrição do funcionamento

3.1 OMNIS Coulometer – Visão geral

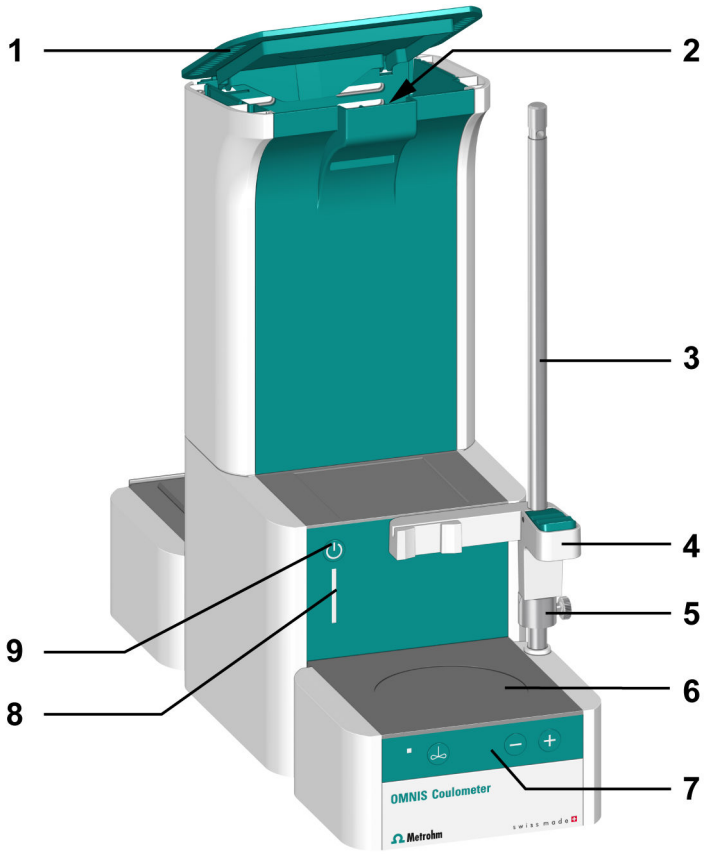


Figura 1 OMNIS Coulometer (com agitador magnético) – Visão geral

1	**Tampa**	**2**	**Interface de medição interna**
3	**Vara de apoio (6.2016.050)**	**4**	**Suporte de célula de titulação (6.02047.000)**
5	**Anel de regulagem (6.2013.010)**	**6**	**Agitador magnético**
7	**Botões de controle do agitador magnético**	**8**	**Indicação de status**
9	**Interruptor ON/OFF**		

3.1.1 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Variantes

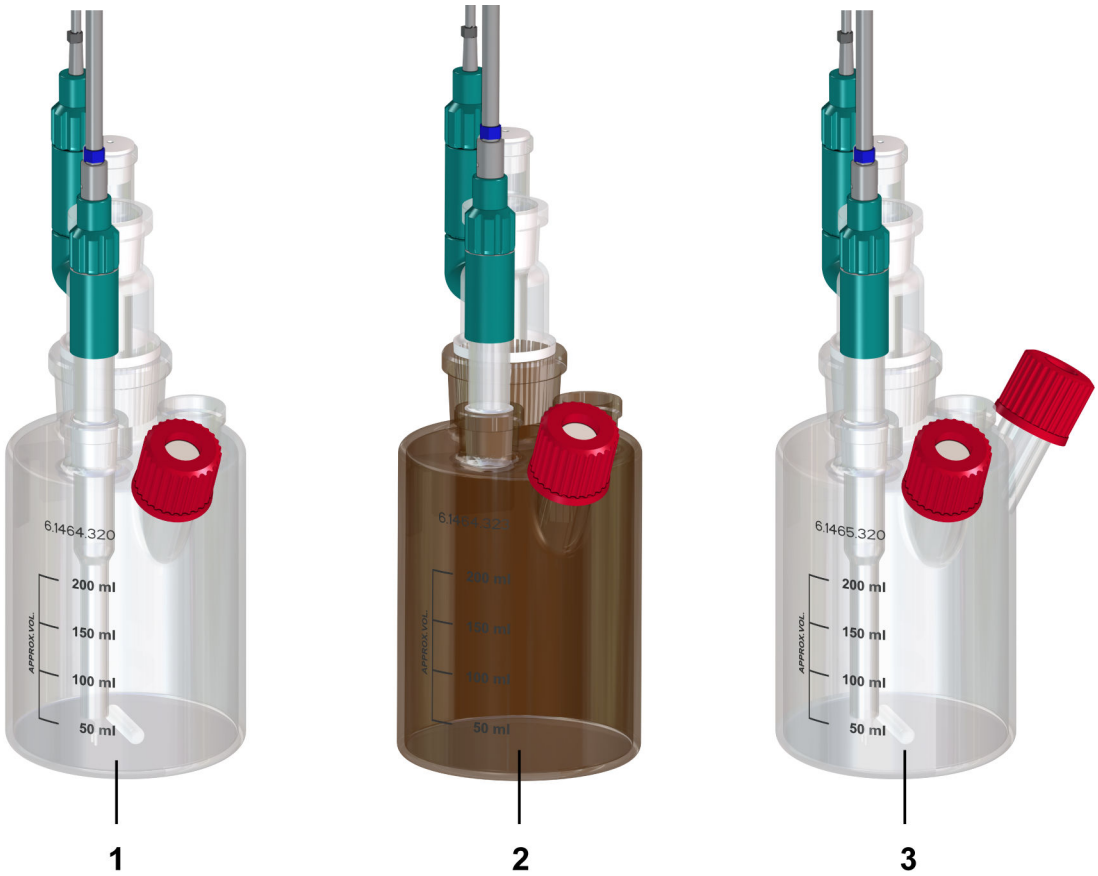


Figura 2 3 variantes da célula de titulação Karl Fischer coulométrica

1	**Célula de titulação Karl Fischer / de 80 até 250 mL / coulométrica (6.1464.320)**
2	**Célula de titulação Karl Fischer em vidro âmbar / de 80 até 250 mL / coulométrica (6.1464.323)**
3	**Célula de titulação Karl Fischer com 2 aberturas laterais / de 80 até 250 mL / coulométrica (6.1465.320)**

3.1.2 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Visão geral

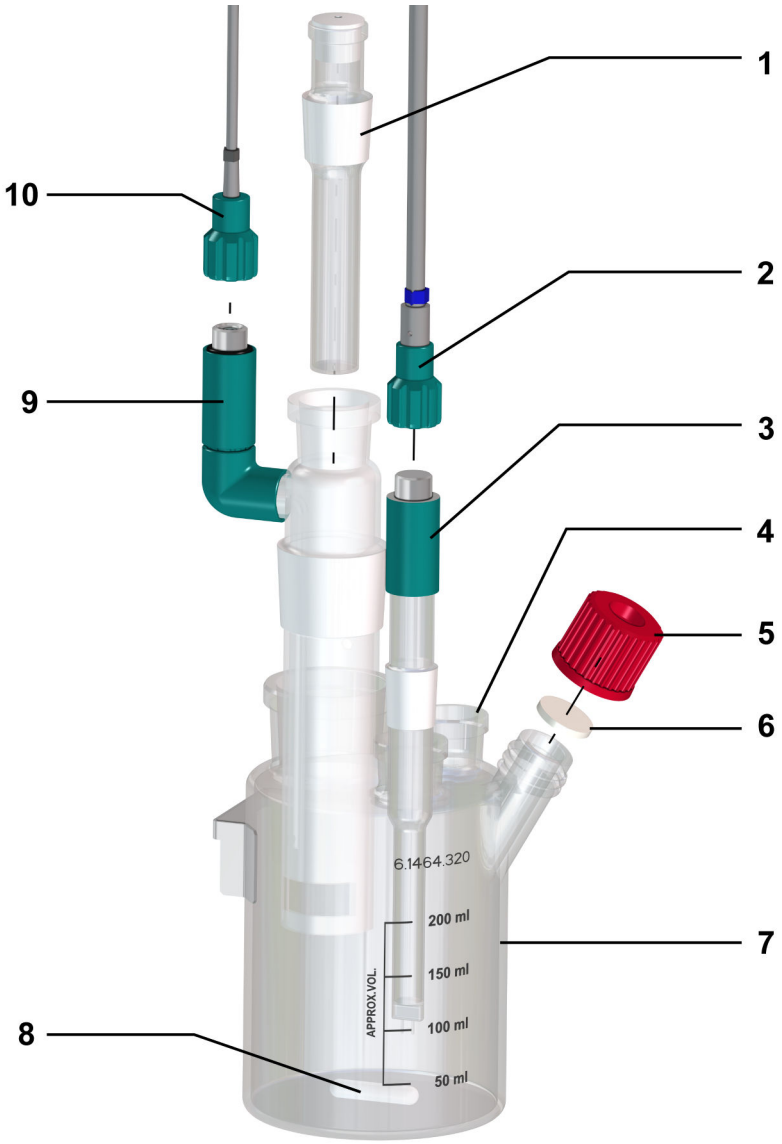


Figura 3 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica (equipada) – Visão geral

1 Tubo de adsorção (6.1403.030)
Com vedante (6.2713.020)

Em combinação com um OMNIS Sample Robot Oven, se necessário com conector fêmea (6.1808.310) para uma mangueira para a saída de gases.

2 Cabo de eletrodo indicador (6.02104.040)
Com codificação azul para eletrodos metálicos polarizáveis

3	**Eletrodo indicador** Com vedante (6.2713.000) p. ex. eletrodo fio duplo de platina para coulometria (6.0341.100)	**4**	**Abertura para variantes de aplicação** Bujão da abertura (6.1437.000) com vedante (6.2713.000)
5	**Tampa roscada (6.2701.040)**	**6**	**Septo (6.1448.020)** para adição de amostra manual
7	**Célula de titulação Karl Fischer / de 80 até 250 mL / coulométrica** com aro de metal fixo para suporte de célula de titulação	**8**	**Agitador** 25 mm (6.1903.030)
9	**Eletrodo gerador** Com vedante (6.2713.010) Sem diafragma (6.00349.100) ou com diafragma (6.00348.100)	**10**	**Cabo de eletrodo gerador (6.2104.620)** Com codificação cinza para eletrodos geradores

3.2 OMNIS Coulometer – Descrição do funcionamento

O OMNIS Coulometer é composto dos seguintes dispositivos:

- Conexões à rede de fornecimento de energia e à rede Ethernet
- Interfaces para a conexão de outros módulos
- Conexão para 1 eletrodo gerador
- Entrada de medição **INPUT 1** para 1 sensor de temperatura / 1 eletrodo de pH / 1 eletrodo metálico polarizável (observar codificação de cores)
- Entrada de medição **INPUT 2** para 1 sensor de temperatura / 1 eletrodo de pH (observar codificação de cores)
- 1 agitador magnético integrado, opcional conforme a variante de produto

O OMNIS Coulometer contém a lógica necessária para controlar o sistema de titulação. O OMNIS Coulometer é conectado à alimentação de energia e à rede Ethernet. Todos os outros módulos do sistema de titulação são conectados ao OMNIS Coulometer.

O OMNIS Coulometer conectado à rede Ethernet pode ser controlado com o OMNIS Software. Assim, além da alimentação de energia de todos os módulos do sistema de titulação, o OMNIS Coulometer também assume a comunicação do sistema de titulação com o OMNIS Software.

A gama de funções do OMNIS Coulometer é definida pela licença de funcionamento selecionada.

Ver também

Página 16

3.2.1 Agitador magnético – Descrição do funcionamento

O agitador magnético garante que a amostra seja misturada de modo apropriado. Dependendo da quantidade e da viscosidade da amostra, a velocidade de agitação pode ser adaptada. O agitador magnético é ser operado através dos botões de controle no equipamento ou através do OMNIS Software.

3.2.2 Célula de titulação Karl Fischer coulométrica – Descrição do funcionamento

A célula de titulação Karl Fischer coulométrica é um recipiente fechado para determinação do teor de água conforme Karl Fischer. O equipamento é diferente conforme a variante de aplicação e a utilização. Há 3 variantes da célula de titulação Karl Fischer coulométrica para cumprir diferentes possibilidades de utilização:

- Célula de titulação Karl Fischer coulométrica (6.1464.320),
- Célula de titulação Karl Fischer coulométrica (6.1464.323) em vidro âmbar,
- Célula de titulação Karl Fischer coulométrica (6.1465.320) com 2 aberturas laterais.

A célula de titulação Karl Fischer coulométrica é fixada em um suporte de célula de titulação na vara de apoio. Para substâncias sensíveis à luz, é recomendável utilizar a variante em vidro âmbar.

3.3 Equipamento principal OMNIS – Elementos indicadores e elementos de operação

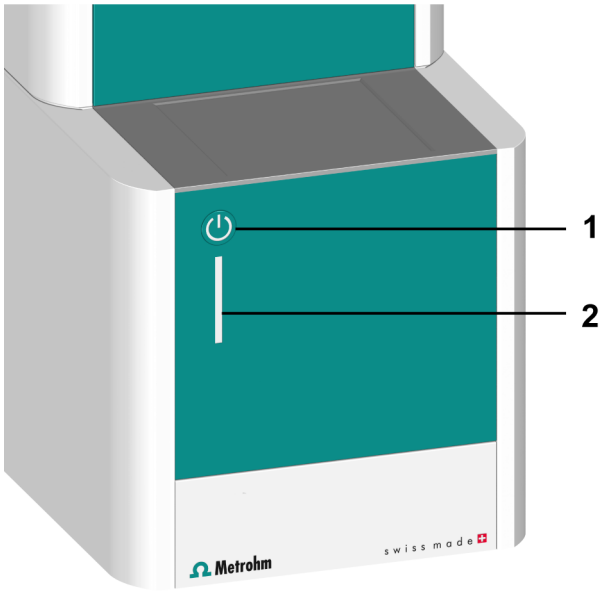


Figura 4 Equipamento principal OMNIS – Elementos indicadores e elementos de operação

1 Interruptor ON/OFF	**2 Indicação de status** multicolorido

Elementos indicadores

O status do equipamento principal OMNIS é mostrado na indicação de status *(4-**2**)* em cores diferentes *(ver Sistema – Sinais, página 15)*.

Elementos de operação

O interruptor ON/OFF *(4-**1**)* serve para a operação do equipamento OMNIS por meio do hardware.

Tabela 3 Comportamento do interruptor ON/OFF

Duração do pressionamento	Sinal acústico	Função
Pressionamento breve (1 – 5 s)	Bipe após 1 s	Ligar o equipamento. Desligar o equipamento.
Pressionamento muito longo (> 10 s)	Bipe contínuo após 8 s	Forçar o desligamento.

3.4 Sistema – Sinais

Os componentes do sistema com elementos indicadores do estado mostram seu estado operacional com cores e/ou padrões intermitentes. O significado das cores e dos padrões intermitentes consta na seguinte tabela.

Sinal visual		Significado
	O LED acende em amarelo.	Início do sistema ou inicialização
	O LED pisca em amarelo (devagar).	Pronto para estabelecimento de conexão ou acoplamento
	O LED pisca em amarelo (rápido).	Estabelecimento de conexão iniciado ou acoplamento em andamento
	O LED acende em verde.	Operacional
	O LED pisca em verde (devagar).	Em funcionamento
	O LED pisca em vermelho (rápido).	Falha ou erro

Alguns componentes do sistema utilizam apenas parte dos padrões intermitentes mostrados.

3.5 OMNIS Coulometer – Interfaces

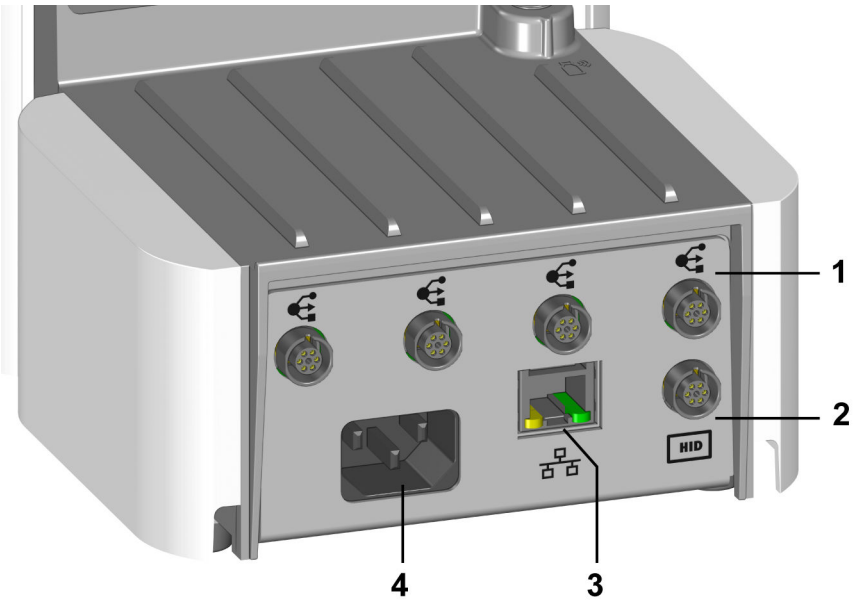


Figura 5 OMNIS Coulometer – Interfaces e conexões

1	**Conexões MDL** MDL = Metrohm Device Link. Tomadas de conexão para cabo de conexão entre produtos OMNIS	**2**	**Conexão HID** HID = Dispositivo de interface humana. Tomada de conexão para unidades de comando externas
3	**Conexão à rede Ethernet ou conexão LAN** LAN = Local Area Network. Tomada de conexão para um cabo de conexão à rede local	**4**	**Tomada para alimentação de energia** Tomada de conexão para a alimentação de energia

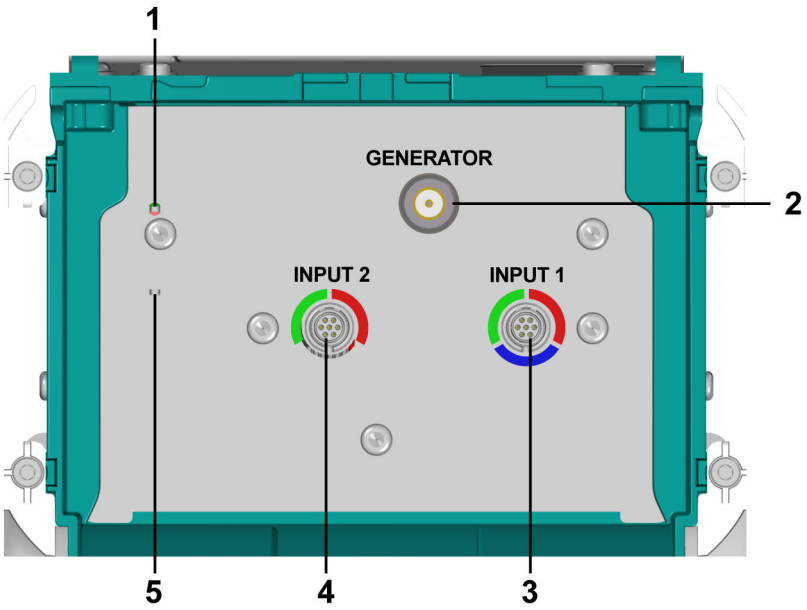


Figura 6 OMNIS Coulometer ou OMNIS Coulometer Module – Interface de medição interna

1	**Elemento indicador** Elemento indicador para a saída GENERATOR	**2**	**GENERATOR** Conexão para eletrodo gerador (codificação cinza)
3	**INPUT 1** Sensor de temperatura (codificação vermelha) ou Entrada de medição para eletrodo metálico polarizável (codificação azul) ou Entrada de medição para sensor potenciométrico (codificação verde)	**4**	**INPUT 2** Sensor de temperatura (codificação vermelha) ou Entrada de medição para sensor potenciométrico (codificação verde)
5	**Elemento indicador** Elemento indicador para a interface de medição interna		

Entradas de medição INPUT 1 e INPUT 2

As entradas de medição **INPUT 1** e **INPUT 2** são marcadas por segmentos coloridos circulares. As marcações indicam que em cada tomada de conexão podem ser inseridos apenas determinados tipos de cabos do eletrodo:

Tabela 4 Significado das cores

Vermelho	A conexão aceita sensores de temperatura.
Azul	A conexão aceita eletrodos metálicos polarizáveis.

Verde	A conexão aceita sensores potenciométricos.
Cinza	A conexão aceita eletrodos geradores.

4 Entrega e embalagem

4.1 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.

4.2 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.

5 Instalação

5.1 Instalação pela Metrohm

A instalação do sistema é sempre realizada pelo representante da Metrohm local.

5.2 Local da instalação

O produto é adequado apenas para o funcionamento em interiores e não deve ser utilizado em áreas com risco de explosão.

Os seguintes requisitos se aplicam ao local de instalação:

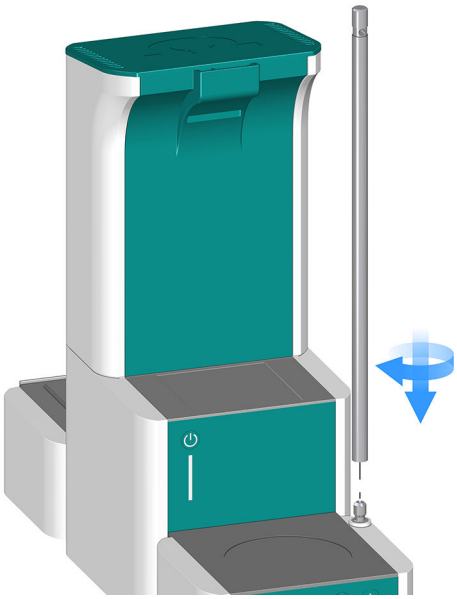
- A sala é bem ventilada, protegida da luz direta do sol e de flutuações excessivas de temperatura.
- A superfície de instalação é estável e livre de vibrações. A superfície de instalação deve ser adequada para a massa e o peso dos componentes (ver dados técnicos).
- Todos os cabos e conexões são acessíveis durante a operação. Os cabos são colocados com segurança (sem riscos de tropeços).
- O espaço de trabalho é projetado ergonomicamente e permite o funcionamento sem problemas do produto.

5.3 Montar acessório agitador magnético

Acessórios necessários:

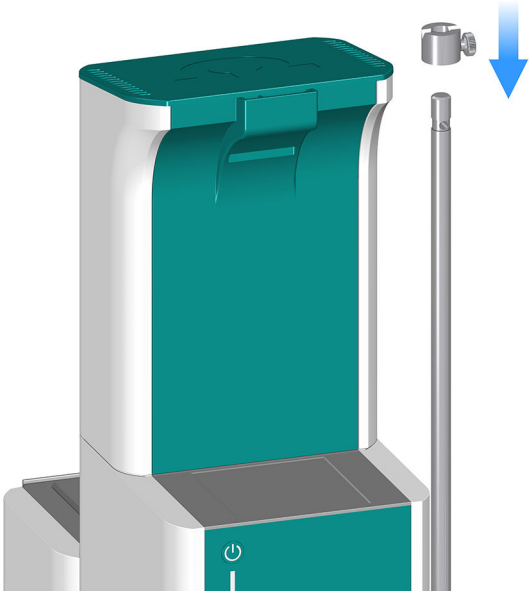
- Vara de apoio (6.2016.050)
- Anel de regulagem (6.2013.010)
- Suporte de célula de titulação (6.02047.000)

1 Montagem da vara de apoio



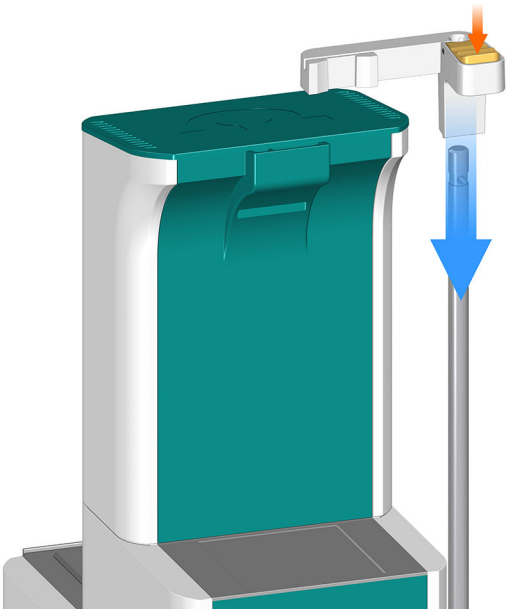
- Aparafusar a vara de apoio no suporte da vara de apoio.

2 Montagem do anel de regulagem



- Empurrar o anel de regulagem com o entalhe para cima sobre a vara de apoio.

3 Montagem do suporte de célula de titulação



- Pressionar a alavanca de bloqueio verde no suporte de célula de titulação.
- Deslizar o suporte de célula de titulação pela vara de apoio.
- Para fixar, soltar a alavanca de bloqueio verde na altura desejada.

5.4 Encher cartucho de adsorção

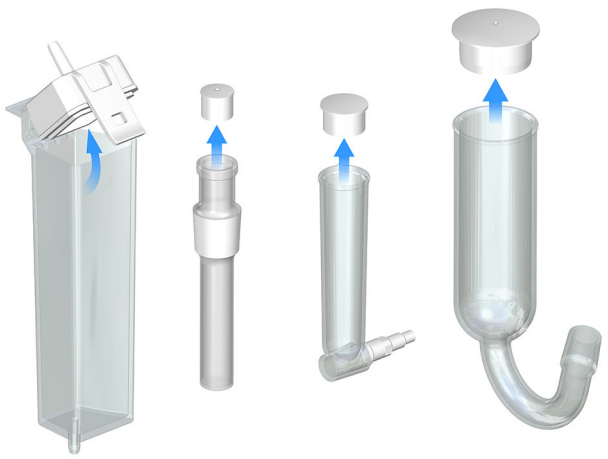
Dependendo do produto OMNIS, há disponíveis diferentes cartuchos de adsorção ou tubos de adsorção.

Tabela 5 Cartuchos de adsorção ou tubos de adsorção disponíveis

Cartuchos de adsorção / tubo de adsorção	Número de artigo	Figura
Cartucho de adsorção para OMNIS Solvent Module	6.01807.000	

Cartuchos de adsorção / tubo de adsorção	Número de artigo	Figura
Tubo de adsorção para célula de titulação Karl Fischer coulométrica	6.1403.030	
Tubo de adsorção para unidade de cilindro	6.1619.020	
Tubo de adsorção para recipiente para dejetos no OMNIS Dosing Module	6.1609.000	

1 Remover a tampa da carcaça



- Cartucho de adsorção: desprender e remover a tampa com o selo da carcaça.
- Tubo de adsorção: puxar a tampa para cima e removê-la da carcaça.

2 Remover a peneira molecular (caso disponível)

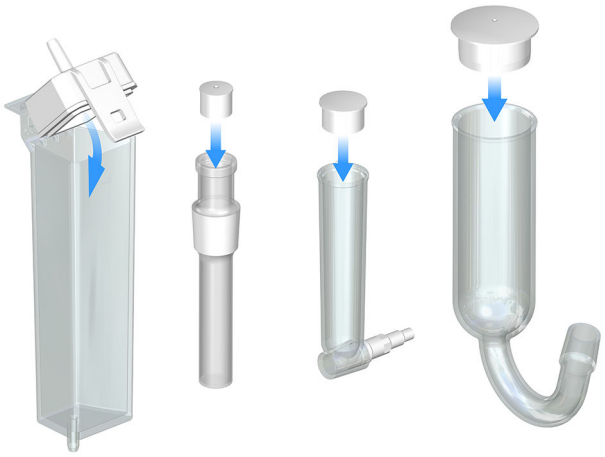
- Remover a peneira molecular e regenerá-la por pelo menos 24 horas no armário de secagem a 300 °C. Deixar esfriar em um dessecador e depois colocar em um recipiente de vidro hermeticamente fechado, consultar também *Perguntas frequentes sobre titulação Karl Fischer*.

3 Encher peneira molecular

- Cartucho de adsorção: inserir abaixo na carcaça um tampão de algodão que cubra a base. Não amassar o algodão com muita firmeza para possibilitar um fluxo de gás suficiente. Encher a carcaça até aprox. 1 cm abaixo da borda da carcaça com a peneira molecular.
- Tubo de adsorção: colocar um pequeno tampão de algodão na peneira molecular. Não amassar o algodão com muita firmeza para possibilitar um fluxo de gás suficiente.

4 Fechar a carcaça com a tampa

A superfície de vedação entre a carcaça e a tampa deve estar limpa, seca e totalmente isenta de restos de material de enchimento.



- Cartucho de adsorção: engatar a tampa com o selo no lado do equipamento e prender com o engate.
- Tubo de adsorção: fechar a carcaça com a tampa.

No caso de umidade do ar moderada, substituir a peneira molecular aprox. a cada 6 semanas.

Um aumento no desvio indica que a peneira molecular está saturada e, portanto, a umidade do ar penetra na célula de titulação Karl Fischer coulométrica.

Dica:

Após substituir a peneira molecular, escrever a data na carcaça de adsorção.

5.5 Equipar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica

CUIDADO

Perigo de lesões por corte causado por bordas afiadas

Ferimentos por corte devido às peças de vidro danificadas ou aos estilhaços de vidro.

- Manusear as peças de vidro (p. ex. eletrodos, recipientes) com atenção e cuidado.
- Utilizar apenas peças de vidro que não apresentem danos.
- Eliminar as peças de vidro danificadas imediatamente.

Preparar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica

Pré-requisito:

- O tubo de adsorção do eletrodo gerador (6.1403.030) é enchido com algodão e peneira molecular *(ver "Encher cartucho de adsorção", página 22)*.
- Ao utilizar o módulo de dosagem: o tubo de adsorção para troca do reagente (6.1619.020) é enchido com algodão e peneira molecular.

Acessórios necessários:

- Eletrodos indicadores, eletrodos geradores, tubo de adsorção, etc. *(ver capítulo 3.1.2, página 11)*

1. Colocar um agitador na célula de titulação Karl Fischer.
2. Cortar os vedantes no comprimento correto. Evite que material cortado desfie.
3. Deslocar o vedante pela superfície cortada dos eletrodos e do tubo de adsorção. Além disso, deslocar um vedante sobre o adaptador para variantes de aplicação.

Equipar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica

Pré-requisito:

- A célula de titulação Karl Fischer está preparada.

1. Colocar o tubo de adsorção enchido com peneira molecular no eletrodo gerador.

2 Colocar o eletrodo gerador no grande bocal posterior.

3 Colocar o eletrodo indicador no bocal esquerdo.

4 Rosquear um cabo do eletrodo com codificação azul no eletrodo indicador.

5 Rosquear um cabo do eletrodo com codificação cinza no eletrodo gerador.

6 Colocar o septo na abertura dianteira da célula de titulação e aparafusar com a tampa roscada.

Apertar a tampa roscada somente até que tudo esteja completamente estanque. O septo não pode dobrar.

7 Encher a célula de titulação Karl Fischer.*(ver "Encher a célula de titulação Karl Fischer coulométrica", página 27)*.

8 Em função da aplicação, colocar o adaptador desejado na abertura.

Ver também

Página 11

5.6 Encher a célula de titulação Karl Fischer coulométrica

ATENÇÃO

Contato com produtos químicos

Produtos químicos podem causar queimaduras.

- Usar equipamento de proteção pessoal (p. ex., óculos de proteção, luvas).
- Usar um dispositivo de sucção ao trabalhar com substâncias perigosas voláteis.

Utilização de eletrodos geradores com diafragma

Pré-requisito:

- A célula de titulação Karl Fischer está completamente equipada com o eletrodo gerador com diafragma. Secar previamente os componentes a 50 °C no forno.

1. Remover o tubo de adsorção do eletrodo gerador.
2. Encher com aprox. 5 mL de católito no eletrodo gerador.
3. Colocar o tubo de adsorção no eletrodo gerador.
4. Remover o bujão da abertura direito da célula de titulação Karl Fischer.
5. Com o auxílio de um funil, encher a célula de titulação Karl Fischer com anólito até a marcação de 100 mL na célula de titulação.

   O nível do anólito deve estar de 1 até 2 mm acima do nível do católito.
6. Fechar o bocal direito com o bujão da abertura (com o vedante colocado).

Utilização de um eletrodo gerador sem diafragma

Pré-requisito:

- A célula de titulação Karl Fischer está completamente equipada com o eletrodo gerador sem diafragma. Secar previamente os componentes a 50 °C no forno.

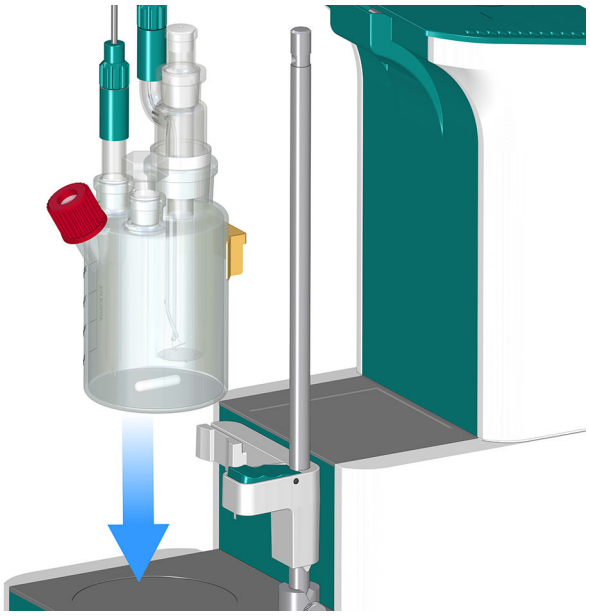
1. Remover o bujão da abertura direito da célula de titulação Karl Fischer.
2. Encher a célula de titulação Karl Fischer com aprox. 100 mL de reagente com o auxílio de um funil.
3. Fechar o bocal direito com o bujão da abertura (com o vedante colocado).

5.7 Montar a célula de titulação Karl Fischer coulométrica

Pré-requisito:

- A vara de apoio está montada com o anel de regulagem e o suporte de célula de titulação *(ver Montar acessório agitador magnético, página 20)*.

1 Posicionar a célula de titulação

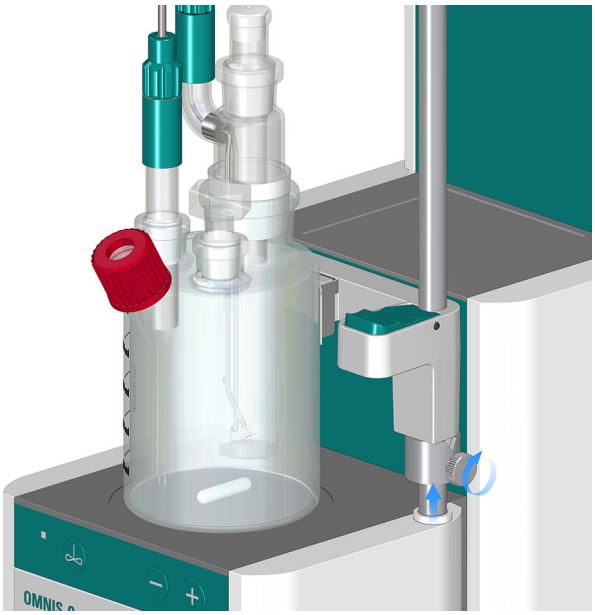


- Deslocar o arco de metal da célula de titulação Karl Fischer coulométrica sobre o suporte da célula de titulação.

2 Verificar a posição da célula de titulação

- Posicionar a célula de titulação no centro do agitador magnético.

3 Configurar o anel de regulagem



- Deslizar o anel de regulagem sob o suporte da célula de titulação.
- Girar o anel de regulagem de modo que a saliência no suporte da célula de titulação coincida com o entalhe do anel de regulagem.
- Fixar o anel de regulagem na altura desejada com o parafuso serrilhado.

O anel de regulagem serve como batente inferior para o suporte de célula de titulação. O batente facilita o posicionamento correto da célula de titulação no agitador magnético.

5.8 Conectar eletrodos

CUIDADO

Danos no eletrodo indicador

O eletrodo indicador será danificado se for conectado à conexão para o eletrodo gerador. Os dois eletrodos têm cabeças de encaixe iguais, portanto existe o risco de conectá-los incorretamente. As conexões no equipamento são diferentes.

- Observar a codificação de cores do cabo do eletrodo e a identificação nas tomadas de conexão:
  - Inserir o cabo do eletrodo com **codificação cinza** na conexão **GENERATOR** e montar o eletrodo gerador.
  - Inserir o cabo do eletrodo com **codificação azul** na entrada de medição **INPUT 1** e montar o eletrodo indicador.

Se o plugue não puder ser encaixado com facilidade, girar levemente o plugue para a direita ou para a esquerda exercendo suave pressão até que ele encaixe na tomada.

- Alinhar o ponto vermelho no plugue ao entalhe na entrada de medição.
- Inserir o plugue até que ele encaixe de forma perceptível.

Conectar o eletrodo gerador e o eletrodo indicador

Pré-requisito:

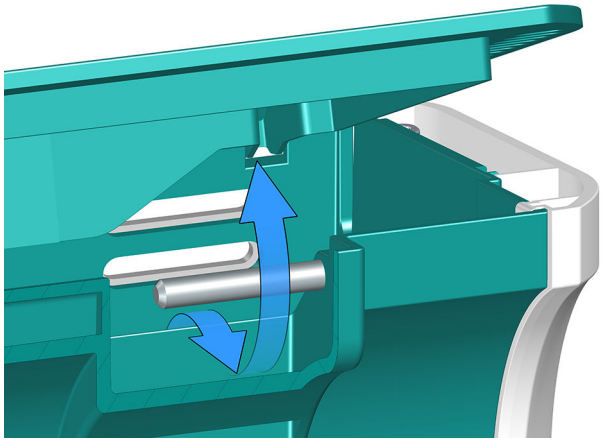
- O cabo do eletrodo com codificação cinza está firmemente rosqueado no eletrodo gerador.
- O cabo do eletrodo com codificação azul está firmemente rosqueado no eletrodo indicador.

1. Abrir a tampa no OMNIS Coulometer ou no OMNIS Coulometer Module.

2. Inserir o cabo do eletrodo com **codificação cinza** na conexão **GENERATOR**.

3. Inserir o cabo do eletrodo com **codificação azul** na entrada de medição **INPUT 1**.

4. **Passagem do cabo**



Passar o cabo por baixo da barra.

5. Fechar a tampa.

5.9 Encaixar o cabo de energia

ATENÇÃO

Choque elétrico por tensão elétrica

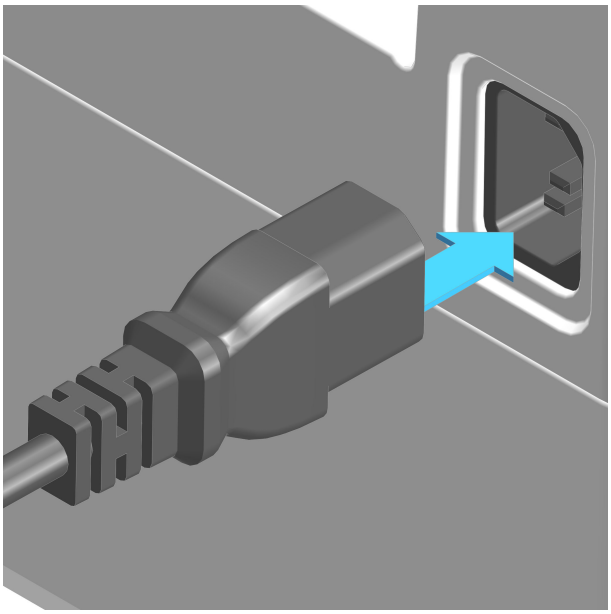
Risco de ferimento ao tocar em componentes sob tensão elétrica ou por umidade nas partes condutoras de corrente.

- Nunca abrir a carcaça do aparelho enquanto o cabo de energia estiver conectado.
- Proteger as peças condutoras de corrente (p. ex., fonte de alimentação, cabo de energia, tomadas de conexão) contra a umidade.
- Assim que houver qualquer suspeita de que umidade entrou no aparelho, desligar o aparelho da corrente.
- Os procedimentos de manutenção e reparo nos componentes elétricos ou eletrônicos podem ser realizados apenas por pessoal qualificado pela Metrohm para essas tarefas.

Acessórios necessários:

- Cabo de energia:
  - Comprimento: máx. 2 m
  - Número de condutores: 3, com terra de proteção
  - Seção transversal do cabo: 3x mín. 0,75 mm^2 / 18 AWG
- Conector:
  - IEC 60320, tipo C13, 10 A
- Plugue de alimentação:
  - 6.2122.XX0 (conforme a exigência do cliente), mín. 10 A

1



- Encaixar o cabo de energia na tomada para alimentação de energia do produto. Usar somente cabos de energia permitidos.
- Conectar o cabo de energia ao fornecimento de energia.
- Para deixar o produto isento de corrente, desconectar o cabo de energia da alimentação de energia.

6 Colocação em funcionamento

6.1 Primeira colocação em funcionamento pela Metrohm

A colocação em funcionamento do sistema é sempre realizada pelo representante da Metrohm local.

7 Titulação coulométrica

A **titulação Karl Fischer coulométrica** é uma variante do método clássico para determinação do teor de água conforme Karl Fischer.

7.1 OMNIS Coulometer – Princípio de coulometria conforme Karl Fischer

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

$$H_2O + I_2 + [RNH]SO_3CH_3 + 2\ RN \rightleftarrows [RNH]SO_4CH_3 + 2\ [RNH]I$$

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

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

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

7.2 OMNIS Coulometer – Trabalhar com padrões de água

Padrões de água certificados

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

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

Tabela 6 Âmbitos de pesagem recomendados

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

7.3 OMNIS Coulometer – Adição de amostra

Este capítulo contém algumas indicações para a adição de amostra. Aqui não é possível um tratamento completo deste tema. Na literatura do fabricante de reagentes e nos seguintes **Metrohm Application Bulletins** você encontra mais avisos:

N.º da brochura	Título
N.º 137	Determinação do teor de água coulométrica pelo método Karl Fischer
N.º 142	Determinação do teor de água pelo método Karl Fischer em gases não explosivos
N.º 145	Determinação de teores de água reduzidos em plásticos pelo método de forno KF
N.º 209	Determinações do teor de água coulométricas pelo método de Karl Fischer em óleos de isolamento, hidrocarbonetos e seus produtos

Tamanho da quantidade de amostra

A quantidade de amostra deve ser pequena para que se possa titular o maior número possível de amostras na mesma solução de eletrólito e para que o tempo da titulação seja curto. Preste atenção para que a amostra contenha, pelo menos, 50 µg de H_2O. Uma referência para a quantidade de amostra é dada pela seguinte tabela.

Tabela 7 Quantidade de amostra recomendada

Teor de água da amostra	Quantidade de amostra	Teor de água resultante
10.000 ppm = 1%	de 10 até 100 mg	de 100 até 1.000 µg
1.000 ppm = 0,1%	de 100 mg até 1 g	de 100 até 1.000 µg
100 ppm = 0,01%	1 g	100 µg
10 ppm = 0,001%	5 g	50 µg

Trabalhar com amostras líquidas

As **amostras líquidas** são adicionadas com uma seringa. As amostras podem ser adicionadas de duas maneiras:

- Segurando uma seringa com uma agulha longa que se mergulha no reagente durante a injeção.
- Segurando uma seringa com agulha curta e voltando a aspirar a última gota de volta para a agulha.

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

Para as **determinações de vestígios e as validações** você deve utilizar seringas de vidro. A Metrohm recomenda adquirir essas seringas com fabricantes de seringas especiais.

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

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

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

Trabalhar com amostras sólidas

Amostras sólidas, como p. ex. pós, pastas, graxas e óleos, devem ser extraídas ou dissolvidas em um solvente adequado, sempre que possível. A solução daí resultante é injetada, sendo que é preciso realizar uma correção do valor branco para o solvente.

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

7.4 OMNIS Coulometer – Condições de trabalho ideais

Geral

Quando uma célula de titulação previamente seca for colocada em funcionamento com um eletrodo gerador sem diafragma, o desvio básico é alcançado dentro de aprox. 30 minutos. A Metrohm recomenda agitar cuidadosamente várias vezes a célula de titulação durante esse tempo.

Ao usar eletrodos geradores com diafragma, você deve contar com um tempo de preparo de aprox. 2 horas.

Para determinações precisas de quantidades de água inferiores a 100 µg, pode ser vantajoso condicionar a célula de titulação antes da utilização durante a noite.

Desvio

Um desvio constante na faixa de ≤ 4 µg/min é aceitável. Porém, são possíveis valores inferiores. Quando surgem valores mais elevados e estáveis, regra geral, os resultados ainda são bons, uma vez que o desvio pode ser compensado.

Um desvio constantemente elevado pode ser provocado por meio de depósitos com teor de água em locais inacessíveis da célula de titulação. Nestes casos, é obtido um abaixamento do valor por meio de agitação da célula. Preste atenção para que não se formem gotas por cima do nível do líquido na célula de titulação.

Se você estiver trabalhando com um eletrodo gerador com diafragma, agitar a célula somente com a intensidade necessária para que as paredes da célula de titulação fiquem levemente umedecidas.

O líquido não pode encostar no teto da célula de titulação.

Se também após a agitação da célula, o desvio permanecer elevado durante um longo período de tempo, as soluções de eletrólito devem ser trocadas. O católito deve ser trocado uma vez por semana.

Um católito molhado pode ser um outro motivo para o desvio elevado. O católito molhado pode ser secado com um reagente de um único componente KF.

Eletrodo indicador

Um novo eletrodo indicador pode requerer um determinado tempo de execução para a formação da superfície. Neste caso, podem ocorrer tempos da titulação invulgarmente demorados e resultados de medição altos

demais. Estes fenômenos desaparecem após um breve tempo de utilização. Para auxiliar a configuração de um novo eletrodo indicador, o equipamento pode ser condicionado, p. ex., durante a noite.

A Metrohm recomenda selecionar a direção de agitação de modo que o iodo gerado da célula tenha o menor percurso possível até o eletrodo indicador. O percurso mais longo pode causar oscilações nos valores de desvio.

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

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

8 Operação e funcionamento

8.1 Operação

O produto pode ser operado por meio do OMNIS Software. Outras informações sobre o OMNIS Software em *OMNIS Help*.

8.1.1 Ligar e desligar

AVISO

Perda de dados

A conexão sem corrente elétrica de aparelhos OMNIS (p. ex. através de uma régua de tomadas) pode levar a uma perda de dados irreversível. Se o equipamento não puder mais ser utilizado, entrar em contato com o representante técnico da Metrohm local.

- Pressionar o interruptor ON/OFF por 1 segundo para desligar o aparelho com segurança.
- Esperar até que a indicação de status apague e, só então, comutar sem corrente elétrica.

1 Ligar o equipamento principal OMNIS

Pressionar o interruptor ON/OFF por 1 segundo.

- A indicação de status acende em amarelo: o processo de inicialização está sendo executado.
- A indicação de status pisca em amarelo: o equipamento pode ser reservado por um sistema OMNIS.
- A indicação de status acende em verde: o equipamento está reservado por um sistema OMNIS e pronto para funcionar.

2 Desligar o equipamento principal OMNIS

Pressionar o interruptor ON/OFF durante 1 segundo até que seja emitido um único sinal sonoro.

- A indicação de status se apaga e o equipamento principal OMNIS é desligado.

8.2 Agitador magnético – operação

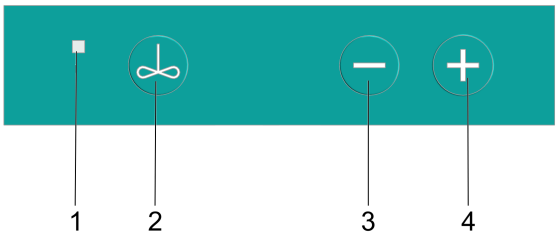


Figura 7 Agitador magnético – Botões de controle

1	**Indicação de status** Multicolorido	**2**	**On/Off** *(ver "Ligar e desligar o agitador magnético", página 41)*
3	**Reduzir a velocidade de agitação** *(ver "Ajustar o agitador magnético", página 42)*	**4**	**Aumentar a velocidade de agitação** *(ver "Ajustar o agitador magnético", página 42)*

Outras funções no software

As seguintes funções apenas podem ser executadas por meio do OMNIS Software (ver *OMNIS Help*):

- **Desativar teclas**
  O agitador magnético pode ser operado apenas por meio do software.
- **Alterar as teclas para o agitador mecânico**
  As teclas do agitador magnético operam o agitador mecânico.
- **Ajustar a direção de agitação**

8.2.1 Ligar e desligar o agitador magnético

1 Ligar o agitador magnético

Pressionar a tecla .

O agitador magnético agita com a velocidade de agitação utilizada mais recentemente.

2 Desligar o agitador magnético

Pressionar o botão novamente.

O agitador magnético para.

Se o agitador magnético estiver funcionando com uma velocidade de agitação mais alta, reduzir a velocidade de agitação antes de desligar.

Como alternativa, ligar e desligar o agitador magnético no OMNIS Software sob *controle manual*.

8.2.2 Ajustar o agitador magnético

A velocidade de agitação pode ser ajustada em 15 níveis.

Pré-requisito:

O agitador magnético está ligado.

1 Aumentar a velocidade de agitação por níveis

Pressionar a tecla +.

Cada vez que a tecla é pressionada, a velocidade de agitação aumenta 1 nível. A velocidade de agitação atual aparece no OMNIS Software em **Controle manual**.

2 Reduzir a velocidade de agitação

Pressionar a tecla –.

Cada vez que a tecla é pressionada, a velocidade de agitação diminui 1 nível. A velocidade de agitação atual aparece no OMNIS Software em **Controle manual**.

Como alternativa, ajustar a velocidade de agitação no OMNIS Software em *Controle manual*.

A direção de agitação pode ser controlada exclusivamente no OMNIS Software em **Controle manual**.

8.3 Troca do reagente

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

- A célula de titulação está demasiado cheia.
- A capacidade do reagente KF está esgotada.
- O desvio é alto demais e não pode ser obtido um melhoramento por meio da agitação da célula de titulação.
- Uma mistura de duas fases é formada na célula de titulação. Nesse caso, também é possível aspirar somente a fase de amostra.

É melhor remover por aspiração a solução de eletrólito consumida. A vantagem é que a célula de titulação não requer uma desmontagem. Além disso, a entrada de umidade do ar na célula de titulação não é possível, pois ela não é aberta.

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

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

8.3.1 Troca do reagente com dosador

Em uma troca do reagente com um dosador, o reagente utilizado é aspirado pela mangueira FEP a partir da célula de titulação Karl Fischer para dentro da unidade de cilindro. Pela mangueira FEP conectada na porta de dejetos, o reagente utilizado é empurrado para fora da unidade de cilindro e para dentro do recipiente para dejetos.

Se necessário, limpar a célula de titulação com diversos ciclos de enxágue.

O reagente ainda não utilizado será dosado a partir do Liquid Adapter pela mangueira FEP para dentro da unidade de cilindro. O reagente ainda não utilizado será dosado a partir da unidade de cilindro pela mangueira FEP para dentro da célula de titulação.

Após a dosagem, a ponta de aspiração foi enchida com reagente ainda não utilizado. Para que nenhum líquido da ponta de aspiração escorra para a célula de titulação durante a medição, ar seco é aspirado pelo tubo de adsorção para dentro da unidade de cilindro. O ar seco é empurrado juntamente com o líquido residual para fora da ponta de aspiração e para dentro da célula de titulação. Assim, a célula de titulação pode secar completamente antes da medição.

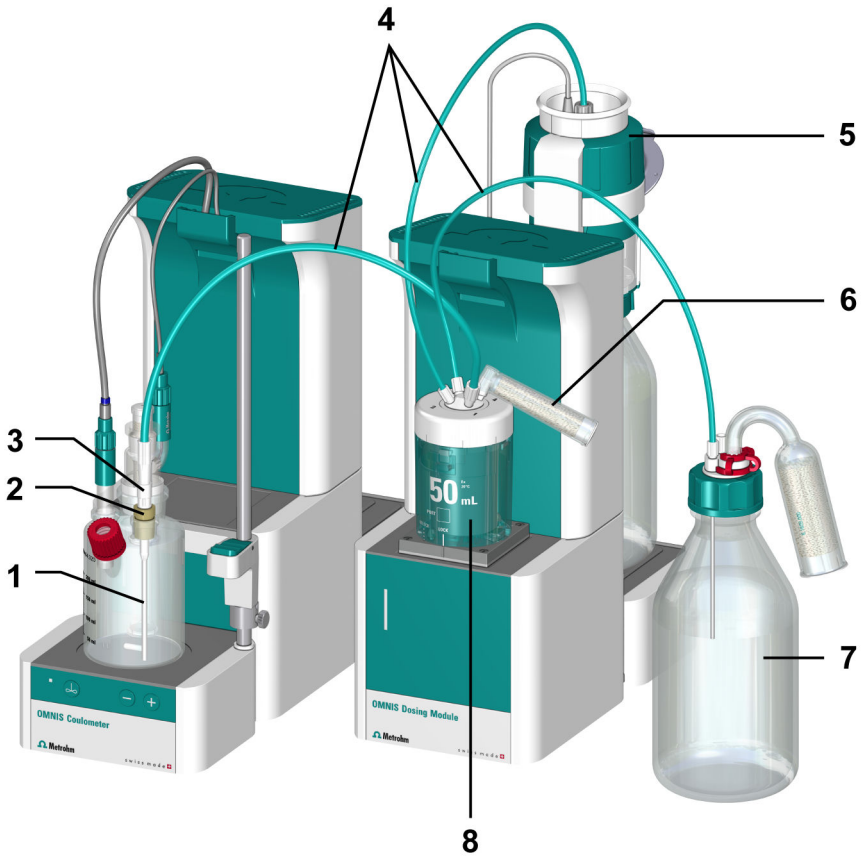


Figura 8 Troca do reagente com OMNIS Dosing Module – Exemplo

1	**Ponta de aspiração (6.1543.200)** sem válvula antidifusão	**2**	**Tampa para troca do reagente (6.1446.060)** com vedante (6.2713.000)
3	**Adaptador para troca do reagente (6.2730.030)** com niple e o-ring	**4**	**Mangueiras FEP (6.1805.100)**
5	**OMNIS Liquid Adapter (6.01600.010)** em um recipiente com reagente KF	**6**	**Tubo de adsorção para unidade de cilindro (6.1619.020)**
7	**Recipiente para dejetos (6.1608.030)**	**8**	**Unidade de cilindro OMNIS 50 mL (6.01503.250)**

Para uma troca do reagente com um dosador, é necessário dispor a configuração de mangueira como mostrado na figura. Para fazer isso, siga o seguinte procedimento:

Preparar a troca do reagente

Pré-requisito:

- O bujão da abertura deve ser removido do bocal direito.

Acessórios necessários:

- *(ver figura 8, página 44)*

1 Montar a tampa

- Aparafusar o niple do adaptador com o o-ring na tampa.
- Remover a válvula antidifusão da ponta de aspiração.
- Empurrar a ponta de aspiração através da tampa.
- Colocar o vedante sobre a tampa.
- Inserir a tampa juntamente com a ponta de aspiração e o vedante no bocal direito da célula de titulação.
- Deslizar a ponta de aspiração para dentro da célula de titulação até que ela encoste no fundo do recipiente.

2 Conectar a célula de titulação com a unidade de cilindro

- Aparafusar a primeira mangueira FEP na ponta de aspiração.
- Aparafusar a outra extremidade da mangueira FEP na porta de dosagem da unidade de cilindro.

3 Conectar a unidade de cilindro com o recipiente para dejetos

- Aparafusar a segunda mangueira FEP na porta de dejetos da unidade de cilindro.
- Aparafusar a outra extremidade da mangueira FEP no recipiente para dejetos para aspirar o reagente utilizado da célula de titulação e dosar através da unidade de cilindro para dentro do recipiente para dejetos.

4 Conectar a unidade de cilindro com o Liquid Adapter

- Aparafusar a terceira mangueira FEP na porta de enchimento da unidade de cilindro.
- Aparafusar a outra extremidade da mangueira FEP no Liquid Adapter para dosar o reagente ainda não utilizado através da unidade de cilindro para dentro da célula de titulação.

5 Montar o tubo de adsorção

Aparafusar o tubo de adsorção na porta livre.

8.3.2 Troca do reagente com OMNIS Solvent Module

Em uma troca do reagente com o OMNIS Solvent Module, o reagente utilizado é aspirado pela mangueira PTFE da célula de titulação Karl Fischer e bombeado para dentro do recipiente para dejetos.

Se necessário, limpar a célula de titulação com diversos ciclos de enxágue.

O reagente ainda não utilizado será bombeado pelo OMNIS Solvent Module para dentro da célula de titulação.

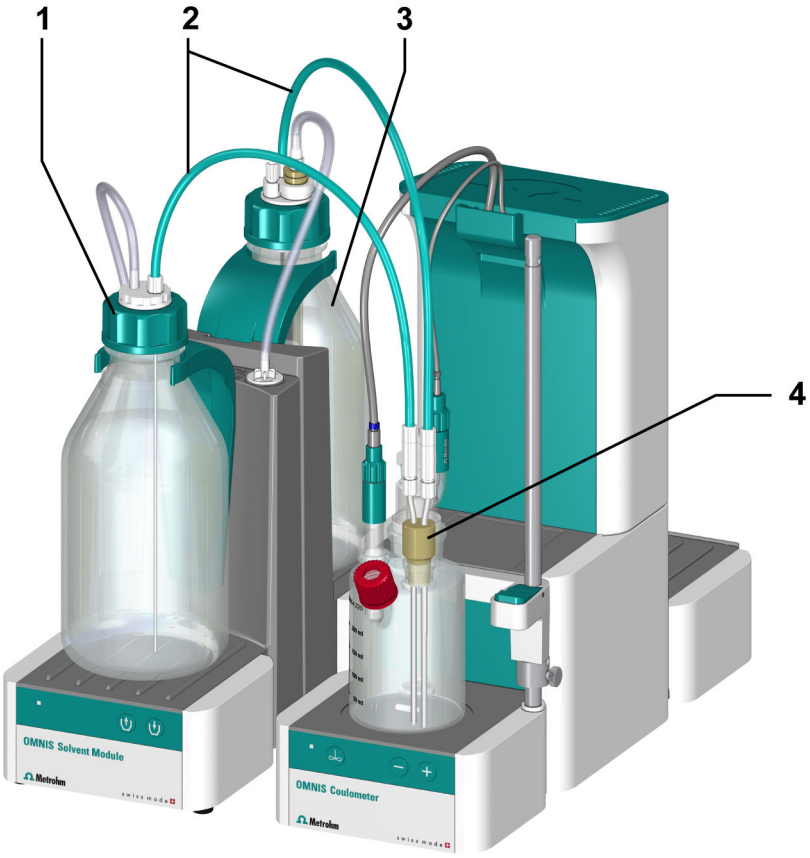


Figura 9 Troca do reagente com OMNIS Solvent Module

1	**Siphon Breaker (6.01600.200)** em recipiente com reagente KF	**2**	**Mangueiras PTFE (6.1805.200)**
3	**Recipiente para dejetos (6.1608.030)**	**4**	**Adaptador para troca do reagente (6.1446.220)** com vedante (6.2713.000)

Para uma troca do reagente com o OMNIS Solvent Module, é necessário dispor a configuração de mangueira como mostrado na figura. Para fazer isso, siga o seguinte procedimento:

Preparar a troca do reagente

Pré-requisito:

- O bujão da abertura deve ser removido do bocal direito.

Acessórios necessários:

- *(ver figura 9, página 46)*

1 Colocar o adaptador

- Colocar o vedante sobre o adaptador.
- Inserir o adaptador juntamente com o vedante com as pontas de aspiração para baixo dentro do bocal direito da célula de titulação.

2 Conectar a célula de titulação com o recipiente para dejetos

- Aparafusar a primeira mangueira PTFE na ponta de aspiração conectada.
- Aparafusar a outra extremidade da mangueira PTFE no recipiente para dejetos para bombear o reagente utilizado para dentro do recipiente para dejetos.

3 Conectar a célula de titulação com o Siphon Breaker

- Aparafusar a segunda mangueira PTFE na ponta de aspiração aberta.
- Aparafusar a outra extremidade da mangueira PTFE do Siphon Breaker no reagente ainda não utilizado para bombear o reagente ainda não utilizado para dentro da célula de titulação.

8.3.3 Troca do reagente manual

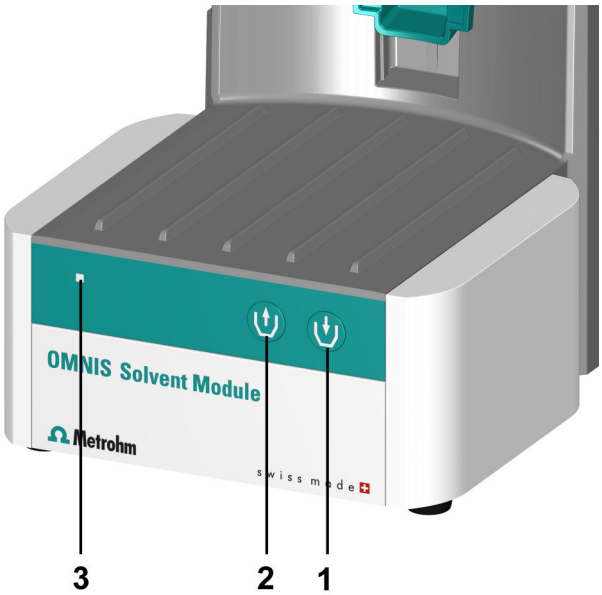


Figura 10 OMNIS Solvent Module – Elementos indicadores e de operação

1 **Tecla Acrescentar** Inserir líquido (Solvent) na célula de titulação	**2** **Tecla Aspirar** Aspirar os dejetos (Waste) da célula de titulação
3 **Indicação de status** Multicolorido	

Pré-requisito:

- O OMNIS Solvent Module está conectado.
- O recipiente de solvente, o recipiente para dejetos e a célula de titulação Karl Fischer estão totalmente montados e conectados às respectivas mangueiras.

1 Esvaziar manualmente a célula de titulação KF

Pressionar a tecla no OMNIS Solvent Module:

O OMNIS Solvent Module começa a absorver os dejetos da célula de titulação Karl Fischer no recipiente para dejetos.

Existem algumas variantes:

- Pressionamento longo (> 1 s): A aspiração continua até que a tecla seja solta. Com isso, esse tempo de dosagem é armazenado.
- Pressionamento breve (≤ 1 s): A aspiração continua pelo tempo de dosagem armazenado. É possível interromper o processo antecipadamente pressionando a tecla mais uma vez.

2 Encher manualmente a célula de titulação KF

Pressionar a tecla no OMNIS Solvent Module:

O OMNIS Solvent Module começa a absorver os dejetos da célula de titulação Karl Fischer no recipiente para dejetos.

Existem algumas variantes:

- Pressionamento longo (> 1 s): A aspiração continua até que a tecla seja solta. Com isso, esse tempo de dosagem é armazenado.
- Pressionamento breve (≤ 1 s): A aspiração continua pelo tempo de dosagem armazenado. É possível interromper o processo antecipadamente pressionando a tecla mais uma vez.

A troca do reagente também pode ser executada automaticamente pelo OMNIS Software. Informações adicionais em *https://www.metrohm.com*.

9 Manutenção

9.1 Manutenção

Para evitar falhas de funcionamento e garantir uma longa vida útil, fazer a manutenção do produto regularmente.

- A Metrohm recomenda que a manutenção dos produtos seja feita por pessoal qualificado da Metrohm AG como parte de um serviço anual. Caso se trabalhe frequentemente com produtos químicos cáusticos e corrosivos, poderão ser necessários intervalos menores de manutenção.
- Executar apenas os trabalhos de manutenção que estão descritos nestas instruções. Para trabalhos de manutenção e reparos adicionais, entre em contato com o representante técnico da Metrohm local. O representante técnico da Metrohm local disponibiliza, a qualquer momento, consultoria especializada sobre a manutenção e conservação de todos os produtos Metrohm.
- Usar apenas peças de reposição que atendem aos requisitos técnicos especificados pelo fabricante. As peças de reposição originais sempre atendem a esses requisitos.

9.2 Limpar a superfície do produto

Para evitar falhas de funcionamento e garantir uma longa vida útil, limpar o produto regularmente.

- Remover imediatamente os produtos químicos derramados.
- Proteger os contatos dos plugues contra contaminação.

ATENÇÃO

Substâncias químicas perigosas

O contato com substâncias químicas agressivas pode causar envenenamentos ou queimaduras químicas.

- Usar equipamento de proteção individual (p. ex., óculos de proteção, luvas).
- Usar um sistema de exaustão ao trabalhar com substâncias perigosas voláteis.
- Limpar as superfícies sujas.
- Utilizar apenas produtos de limpeza que não provoquem reações secundárias indesejadas aos materiais que devem ser limpos.
- Eliminar os materiais quimicamente contaminados (p. ex., por materiais de limpeza) de acordo com os regulamentos.

ATENÇÃO

Tensão elétrica

O contato com a tensão elétrica pode causar ferimentos graves ou levar à morte.

- Operar o produto somente quando este estiver em estado perfeito. A carcaça também deve estar intacta.
- Utilizar o produto somente com as coberturas instaladas.
- Proteger os componentes condutores de tensão (p. ex., fonte de alimentação, cabo de energia, tomadas de conexão) contra a umidade.
- Os trabalhos de manutenção e reparos em componentes elétricos devem ser realizados sempre por um representante técnico da Metrohm local.

Pré-requisito:

- O produto é desligado e desconectado da alimentação de energia.

Acessórios necessários:

- Pano de limpeza (macio, sem fiapos)
- Água ou etanol

1. Limpar a superfície com um pano umedecido. Remover as contaminações mais grossas com etanol.
2. Limpar a superfície com um pano seco.
3. Limpar as conexões com um pano seco.

10 Solução de problemas

As mensagens sobre falhas e erros aparecem no software de controle ou no software incorporado (p. ex., na exibição de uma unidade) e contêm as seguintes informações:

- Descrições de causas de falha (p. ex. motor bloqueado)
- Descrições de problemas no controle (p. ex. parâmetro em falta ou inválido)
- Informações para resolver um problema

Os componentes do sistema com elementos de exibição de status sinalizam adicionalmente falhas e erros através de um LED vermelho piscando.

A solução de problemas no produto geralmente só é possível com a ajuda do software de controle ou do software incorporado (p. ex., inicialização, mudança para posição definida).

Ver também

Página 15

10.1 Titulação Karl Fischer

Problema	Causa	Como remediar
O desvio é bastante elevado durante o condicionamento.	A célula de titulação tem vazamentos.	▪ Verificar as vedações e o septo. Se necessário, substituir. ▪ Substituir a peneira molecular.
O desvio fica maior após cada titulação.	A amostra expulsa a água de um modo bastante lento.	▪ Adaptar o método. ▪ Adicionar solubilizante. ▪ Trabalhar em temperaturas elevadas (se necessário, utilizar forno KF). ▪ Ver literatura especializada.
	Existe uma reação secundária.	▪ Utilizar reagentes especiais. ▪ Adaptar o método (trabalhar em temperatura maior/menor, extração externa). ▪ Ver literatura especializada.
	O valor de pH não está mais na faixa ideal.	Adicionar tampão (ver literatura especializada).

Problema	Causa	Como remediar
A titulação não é finalizada.	A célula de titulação tem vazamentos.	▪ Verificar as vedações e o septo. Se necessário, substituir. ▪ Substituir a peneira molecular.
	O critério de parada é inadequado.	Adaptar os parâmetros de controle (ver manual/ajuda do software utilizado): ▪ Aumentar o desvio de parada. ▪ Selecionar um tempo de desligamento mais curto.
	Ver também: O desvio fica maior a cada titulação.	
A amostra é titulada em excesso.	O percentual de metanol no agente de funcionamento é muito pequeno.	▪ Substituir o agente de funcionamento. ▪ Diminuir o percentual de solubilizante ao trabalhar com misturas de solventes, ver literatura especializada.
	O eletrodo pode estar ocupado.	Limpar o eletrodo com etanol ou um solvente adequado.
A solução fica mais escura a cada titulação.		Substituir o agente de funcionamento.
	O eletrodo pode estar ocupado.	Limpar o eletrodo com etanol ou um solvente adequado.
	O eletrodo tem um curto-circuito.	▪ Verificar os fios Pt. ▪ Ligar a verificação de eletrodos.
O ponto final é alcançado em um tempo muito curto.	A taxa de dosagem fora da faixa de controle é alta demais.	Selecionar a velocidade da titulação definida pelo usuário e diminuir a taxa de dosagem (ver manual/ajuda do software utilizado).

10.2 Forçar o desligamento

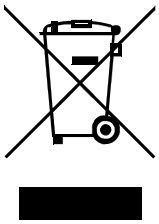
Pré-requisito:

Não é possível desligar o equipamento principal OMNIS.

1 Pressionar o botão de ligar/desligar por 8 segundos, até que o sinal sonoro soe em intervalos breves.

O sinal sonoro soa durante 2 segundos. A indicação de status se apaga e o equipamento principal OMNIS é desligado.

11 Eliminação



Eliminar os produtos químicos e os produtos de forma adequada para reduzir os impactos negativos sobre o meio ambiente e a saúde. As autoridades locais, serviços de eliminação ou revendedores fornecem informações mais detalhadas 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).

12 Dados técnicos

12.1 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	com umidade relativa do ar máxima de 80%, sem condensação
Altitude de utilização / faixa de pressão	máx. 3.000 m acima do nível do mar. / mín. 700 mbar	
Categoria de sobretensão	II	
Grau de contaminação	2	

12.2 OMNIS Coulometer – Alimentação de energia

Intervalo de tensão nominal	de 100 até 240 VCA ± 10%	
Intervalo de frequência nominal	de 50 até 60 Hz ± 3%	
Consumo de potência	máx. 100 W	
Proteção por fusível		
Fusível interno	4 ATH	não pode ser substituído pelo usuário

12.3 OMNIS Coulometer – Dimensões

Medidas

Largura	142 mm
Altura	358 mm
Profundidade	
Sem agitador magnético	284 mm
Com agitador magnético	400 mm

Peso

Tipo	
Sem agitador magnético	4,4 kg
Com agitador magnético	5,1 kg

12.4 Agitador magnético – Dimensões

Medidas

Largura	142 mm
Altura	70 mm
Profundidade	116 mm

Peso	700 g

12.5 OMNIS Coulometer – Carcaça

Materiais

Tampa	PET	Politereftalato de etileno
Painel traseiro	AW-5754 H12/H22	Alumínio, pintado
Base	1.4301	Aço inoxidável
Carcaça	PBT	Politereftalato de butileno

Folhas frontais	PET	Politereftalato de etileno, fosco

Nível de proteção IP IP 40

12.6 Agitador magnético – Carcaça

Materiais

Tampa	PBT	Politereftalato de butileno
Base		Chapa de aço cromado
Carcaça	PBT	Politereftalato de butileno
Folhas frontais	PET	Politereftalato de etileno

Nível de proteção IP IP 40

12.7 Especificações da operação

Botões de controle Agitador, rotação

12.8 Especificações da operação

Tecla On/Off

Botões de controle Agitador, rotação

12.9 Especificações das conexões

Alimentação de energia		via conexão para alimentação de energia
Tomada		IEC 60320, tipo C14, 10 A
Cabo de energia		
Comprimento	máx. 2 m	
Número de condutores	3	com terra de proteção
Seção transversal do cabo	mín. 0,75 mm^2 / 18 AWG	
Plugue		
Lado do equipamento		IEC 60320, tipo C13, 10 A
Lado da edificação		específico de cada país
MDL	Metrohm Device Link	4 conexões
HID	Dispositivo de interface humana	1 conexão
LAN	Local Area Network	
Tipo	Ethernet CAT 6	
Tomada	RJ45	com blindagem
Tipo de cabo	mín. F/FTP	com blindagem
Comprimento do cabo	máx. 10 m	de acessórios Metrohm *(ver "Exibir acessórios", página 3)*
Interface de medição interna		
INPUT 1		
Tomada		Plugue redondo de 7 polos , tamanho 0, 45°
Potenciométrico	pH, ISE, Redox	Entrada de medição para eletrodos potenciométricos

Temperatura	Temp.	Entrada de medição para sensores de temperatura do tipo Pt1000 ou NTC para compensação de temperatura automática
Polarizador	Pol.	Entrada de medição para eletrodos polarizáveis
INPUT 2		
Tomada		Plugue redondo de 7 polos , tamanho 0, 45°
Potenciométrico	pH, ISE, Redox	Entrada de medição para eletrodos potenciométricos
Temperatura	Temp.	Entrada de medição para sensores de temperatura do tipo Pt1000 ou NTC para compensação de temperatura automática
GENERATOR	Tomada	Plugue redondo, 2 polos
	Saída do gerador de energia	Para geração de reagente

12.10 Especificações de exibição

Indicação de status	LED	multicolorido

12.11 Especificações do gerador de corrente

Gerador de corrente baixa (para bromo 1492)

Faixa de corrente	de 0,5 até 60,0 mA
Faixa de tensão	de 0,0 até 29,0 V

Gerador de corrente alta (para KFC de água e BRC de índice de bromo)

Faixa de corrente	de 50,0 até 400,0 mA
Faixa de tensão baixa	de 0,0 até 29,0 V
Faixa de tensão alta	de 0,0 até 39,0 V

Fabricação de iodo para determinação do teor de água por Karl Fischer

Faixa de determinação	de 0,01 até 200,0 mg H_2O	Quantidade de água recomendada
Resolução	0,1 µg H_2O	
Velocidade da titulação	máx. 2,24 mg H_2O/min	
Reprodutibilidade	±3 µg H_2O	de 10 µg até 1.000 µg H_2O
		Amostra: padrão do fabricante de reagente
	≤ 0,3%	>1.000 µg H_2O

12.12 Especificações de medição

Potenciométrico

Faixa de medição	de –2.400 até +2.400 mV	
	de -13 até +20 pH	
Resolução	1,56 µV	
	0,001 pH	
Precisão de medição	±0,5 mV	na faixa de medição de –2.000 até +2.000 mV
	±0,003 pH	
Resistência de entrada	≥ $1*10^{12}$ Ω	

Corrente offset	≤ ±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
NTC 30 kOhm		
Faixa de medição	de -5 até +250 °C	
Resolução de medição	aprox. 0,002 °C	
Precisão de medição	±0,6 °C	na faixa de medi-ção de +10,0 °C até +40,0 °C

Polarizador

Ipol DC		
Corrente de polarização	de –200,0 até +200,0 µA	ajustável em passos de 0,5 µA
Faixa de medição	de –2.400 até +2.400 mV	
Resolução de medição	0,1 mV	
Ipol AC		
Corrente de polarização	5µA, 10µA, 20µA, 30µA	Valores efetivos
Faixa de medição	de 0 até +1.700 mV	Valor efetivo
Resolução de medição	0,1 mV	Valor efetivo
Frequência	10 Hz	

Upol DC

Voltagem de polarização	de –2.000 mV até +2.000 mV	ajustável em passos de 5 mV
Faixa de medição	de –200,0 µA até +200,0 µA	
Resolução de medição	0,01 µA	

Carga na entrada de medição Ipol

$R_L$máx. ±10µA	240 kΩ	
$R_L$máx. ±50µA	48 kΩ	
$R_L$máx. ±100µA	24 kΩ	

Carga na entrada de medição Upol

$R_L$mín. ±300 mV	1,5 kΩ	
$R_L$mín. ±600 mV	3 kΩ	
$R_L$mín. ±1.000 mV	5 kΩ	

Precisão de medição

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

Condições de referência

Umidade relativa do ar	≤ 60%	
Temperatura ambiente	+25 °C (±3 °C)	
Estado do aparelho		mín. 30 minutos em funcionamento

12.13 Agitador magnético – Especificações

Faixa de ajuste de rotação	de +1 até +15	Direção de rotação no sentido anti-horário (visto de cima)
	de –1 até –15	Direção de rotação no sentido horário (visto de cima)
Alteração da rotação por nível	120 rpm	
Rotação máxima	1.800 rpm	