



Instalação correta
Operação sem Falhas
Medições Rápidas
Resultados Precisos

Procedimentos
Princípios
Básicos

Determinação de Umidade com o Analisador de Umidade de Halogênio

METTLER TOLEDO



Conteúdo

1. Introdução	3
2. Estrutura e conteúdo	4
3. Determinação de umidade com o Analisador de Umidade de Halogênio	
3.1. Princípio de medição	5
3.2. Instalação	8
3.2.1. Localização do Analisador de Umidade	8
3.2.2. Comissionamento	11
3.2.3. Operação de Rotina	13
3.2.4. Manuseio de Amostra	14
3.3. Desenvolvimento de método e amostras especiais	18
3.3.1. Desenvolvimento de método	19
3.3.2. Amostras especiais	25
3.4. Validando um método	30
3.5. Exemplos de aplicação	32
4. Visão geral de diferentes tecnologias para determinação de umidade	36
5. Termos técnicos	38
6. Índice	42
7. Literatura	44

1. Introdução

A umidade afeta a processabilidade, durabilidade, usabilidade e qualidade de muitos produtos como as substâncias farmacêuticas, plásticos e alimentos. As informações sobre o teor de umidade e seu monitoramento são muito importantes. A maioria das substâncias tem um teor de umidade ideal para a obtenção dos melhores resultados de processamento e, portanto, para atingir o máximo de qualidade. Além disso, o teor de umidade tem impacto no preço e existem regras estatutárias para alguns produtos que regem o teor de umidade máximo (por exemplo, como os definidos por regulamentações alimentares nacionais).

Isto significa que o comércio e a indústria precisam determinar os níveis de teor de umidade. Estas determinações de umidade devem ser realizadas a uma velocidade de forma confiável e rápida, para que qualquer intervenção no processo de produção possa ser feita rapidamente para evitar interrupções. Uma maneira rápida e precisa de determinar a umidade é a medição termogravimétrica utilizando um Analisador de Umidade de Halogênio: A amostra é pesada e aquecida com um radiador infravermelho (lâmpada de halogênio). A perda de peso é registrada continuamente e a secagem termina quando um critério definido é alcançado. O teor de umidade é automaticamente calculado a partir da diferença de peso (ver 3.1 "princípio de medição").

Durante a medição termogravimétrica, a perda de massa não pode apenas ser atribuída seletivamente à perda de água pois outras substâncias que não a água podem evaporar-se durante o aquecimento. É por isso que falamos de teor de umidade ao usarmos procedimentos termogravimétricos (ver 5. "Termos técnicos").

2. Estrutura e conteúdo deste catálogo

Este guia deve ajudá-lo na determinação de umidade com o Analisador de Umidade de Halogênio. Ele fornece informações sobre os principais pontos que são importantes para o trabalho com este instrumento e ajuda você a determinar o teor de umidade rapidamente, com segurança e sem esforço.

Assim como fornece informações sobre instalação, localização, e o cuidado e manuseio de amostras, o catálogo ilustra como você pode encontrar as configurações ideais para a sua amostra (ver 3.3.1 "desenvolvimento de método"). Você será capaz de usar de forma rápida e fácil o Analisador de Umidade de Halogênio para traçar os valores de umidade determinados com um procedimento de referência (ex. forno). Você também encontrará dicas úteis sobre como você pode obter excelentes resultados com amostras especiais, tais como líquidos ou substâncias que formam uma pele.

Este guia é complementado por informações sobre validação do método, vários exemplos de aplicação e uma breve comparação entre diferentes tecnologias que podem ser usadas para determinar a umidade das substâncias.

3. Determinação de Umidade com o Analisador de Umidade de Halogênio

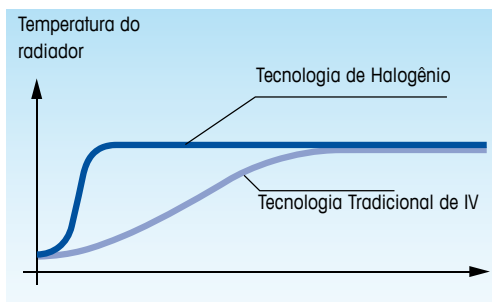
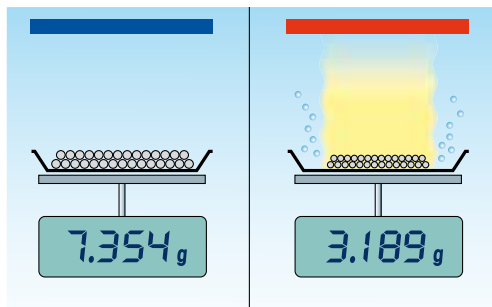
3.1. Princípio de medição

A maneira pela qual a umidade é determinada utilizando o Analisador de Umidade Halogêneo é explicada aqui. Isto inclui o método de secagem (aquecimento da amostra usando radiação térmica) e o princípio do critério de desligamento.

O Analisador de Umidade de Halogênio

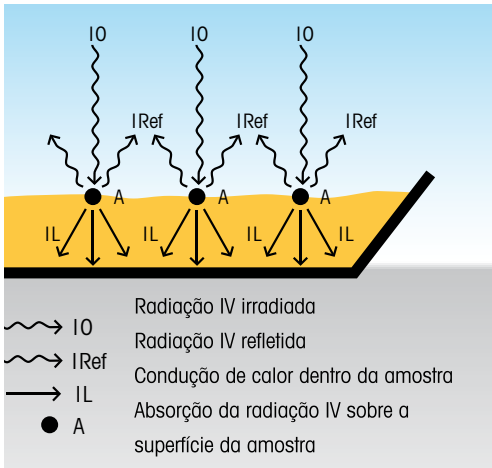
O Analisador de Umidade de Halogênio funciona nos moldes do princípio da termogravimétrica, ou seja, o peso inicial da amostra é registrado, então um radiador de halogênio a seca enquanto um equilíbrio integrado registra continuamente o peso da amostra. A perda total de peso é interpretada como o teor de umidade.

A secagem com o radiador halogênio é um aprimoramento adicional do método de secagem por infravermelhos. O elemento de aquecimento é constituído por um tubo de vidro preenchido com gás halogênio. Como a massa do radiador de halogêneo é muito baixa quando comparada com o de um radiador infravermelho convencional, a potência máxima de aquecimento pode ser alcançada rapidamente e com excelente controlabilidade. Em combinação com o refletor banhado a ouro, este garante uma distribuição otimizada e uniforme da radiação térmica sobre toda a superfície da amostra. Isto é indispensável para alcançar resultados reproduzíveis.

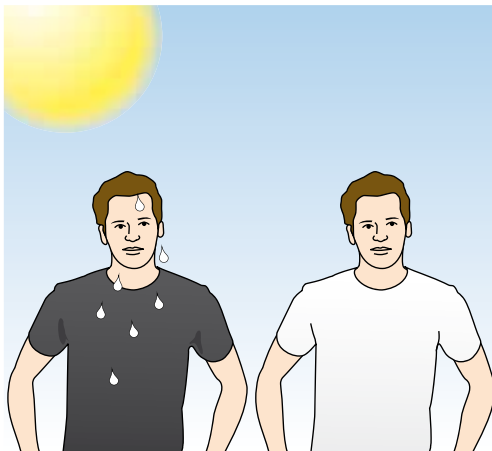


O processo de secagem

Ao contrário do forno tradicional, no qual a amostra é aquecida através de convecção e secada durante um longo período de tempo, a amostra no Analisador de umidade de halogênio absorve a radiação infravermelha (radiação térmica) da lâmpada de halogêneo e, assim, aquece muito rapidamente.



Diferentes substâncias têm diferentes características de absorção. Estes dependem principalmente da cor e do material. Você deve, portanto, garantir que a amostra seja homogênea e de mesma granulacão. Superfícies lisas e leves geralmente refletem mais radiação infravermelha, portanto, menos energia é absorvida e a amostra menos aquecida. Isto significa que as características de absorção de uma amostra influenciam a temperatura efetiva da amostra.

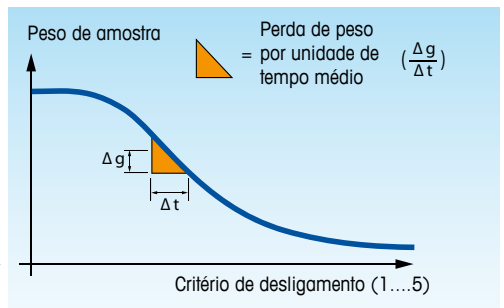


Você vai se familiarizar com este efeito de absorção: Se ficar no sol vestindo uma camisa preta, você vai ficar muito mais quente do que se você estivesse usando uma branca. Portanto, você deve selecionar uma medição de temperatura ligeiramente mais baixa para uma amostra escura do que para uma amostra clara.

O critério de desligamento

O critério de desligamento (AK) determina o ponto em que a medição com o analisador de umidade de halogênio será automaticamente encerrado e o resultado exibido. O Analisador de Umidade de halogênio oferece dois tipos diferentes de critérios de desligamento: Uma forma de controle de tempo de desligamento ou diminuição no peso por unidade de tempo. O equilíbrio integrado determina continuamente a perda de peso da amostra durante a secagem. Se a perda de peso (Δg) descer abaixo do valor fixado ao longo de um determinado período de tempo (Δt), o processo de secagem é interrompido neste nível de secagem e o resultado mostrado. Você pode selecionar 5 critérios de desligamento pré-definidos.

- AK 1 (1 mg/10s): Adequado para medições de tendências rápidas
- AK 2 (1 mg/20s): Nível intermediário
- AK 3 (1 mg/50s): Configuração padrão adequada para a maioria dos tipos de amostra
- AK 4 (1 mg/90s): Nível intermediário
- AK 5 (1 mg/140s): Adequado para amostras que secam lentamente e têm um baixo teor de umidade (por exemplo, plásticos)

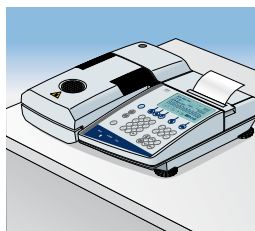


Com o Analisador de umidade de halogênio HR83, o período de tempo e perda de peso desejado podem ser definidos livremente. O critério de desligamento selecionado influencia o período de medição e precisão da medição. O processo de secagem será completado no menor tempo se AK 1 for selecionado, mas a secagem muitas vezes não é totalmente acabada e a repetibilidade é reduzida. Ao selecionar o critério de desligamento você otimiza a duração do período de medição contra a precisão necessária do resultado da medição.

3.2. Instalação

3.2.1. Localização do Analisador de Umidade de Halogênio

Como a medição de umidade usando o Analisador de Umidade é baseada em um procedimento de alta precisão de pesagem, a precisão e a repetibilidade estão intimamente ligadas à localização do instrumento. Para garantir que seu Analisador de Umidade funcione nas melhores condições, por favor, observe as seguintes orientações:



Bancada de pesagem

- Estável (bancada de laboratório, Laborkorpus, banco de pedra)
Seu banco de pesagem não pode ceder quando o trabalho é realizado sobre ele e deve transferir a menor vibração possível.

Dica: você pode usar o adaptador de vibração para adaptar o seu instrumento para as condições ambientais do local de instalação. Por exemplo, configure o adaptador de vibração para elevado para o uso em condições adversas.

Menu 3
VIBRA HIGH

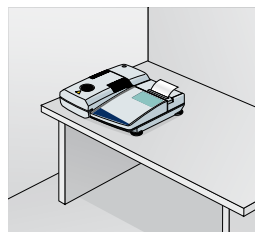
- Antimagnético (sem placa de aço)
- Instalação na parede ou no chão
O banco deve estar apoiado no chão ou fixado à parede, mas não as duas coisas ao mesmo tempo, caso contrário, as vibrações de ambos os lados serão transferidas.

O banco de pesagem deve ser estável o suficiente para que a indicação de peso não mude quando você se inclinar sobre a mesa ou ao preparar a estação de trabalho.

Sala de trabalho

- Livre de vibrações
- Livre de correntes de ar

Posicione o banco em um canto da sala. Estes são as áreas mais livres de vibrações em um edifício.

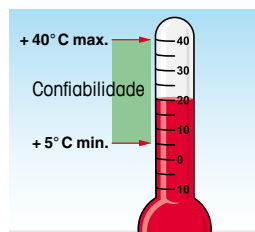


Espaço livre

- Certifique-se de que há espaço livre suficiente em torno do instrumento para evitar a acumulação de calor e superaquecimento (aprox. 1m de espaço livre acima do Analisador de Umidade).
- Garanta uma distância segura de materiais combustíveis.
- Garanta espaço suficiente de outros dispositivos de medição sensíveis.

Temperatura

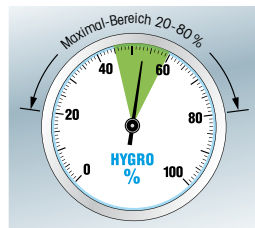
- Mantenha a temperatura da sala o mais constante possível.
Os resultados da pesagem dependem da temperatura!
- Não coloque o Analisador de Umidade perto de aquecedores ou janelas (radiação térmica).

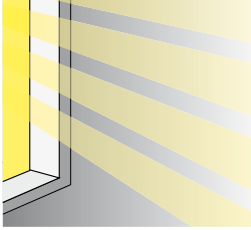


Umidade Atmosférica

- Em condições ideais, a umidade relativa (% UR) deve estar entre 45 e 60%.
As balanças nunca devem ser operadas acima ou abaixo das faixas de umidade de 20 a 80% de UR.

Algumas amostras são muito higroscópicas, ou seja, elas retiram a umidade do ar ambiente. Portanto, você deve tentar manter a umidade relativa do ar o mais constante possível para garantir uma boa repetibilidade dos resultados.

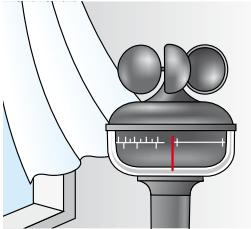




Luz

- Se possível, coloque o Analisador de Umidade em uma parede sem janela. Luz solar direta (= calor) influenciará o resultado da pesagem.

Observação: o resfriamento ativo protege a célula de pesagem do calor produzido pelo aquecedor de halogênio. No entanto, a célula de pesagem não está protegida da radiação térmica nas laterais e a luz solar direta pode, portanto, influenciar o resultado da pesagem.



Fluxo de ar

- Não coloque o Analisador de Umidade na direção do fluxo de ar condicionado ou aparelhos que contenham ventilação de ar, como computadores ou dispositivos de laboratório de grande porte.
- Posicione o Analisador de Umidade a uma distância suficiente de radiadores. Assim como os efeitos da radiação da temperatura, estes também têm fluxos de ar forte e interferência.
- Não posicione o instrumento próximo a uma porta.
- Evite lugares com muito movimento de carros (corrente).
- Se possível, mantenha as janelas fechadas para evitar correntes de ar.

3.2.2. Comissionamento

Analísadores de Umidade de Halogênio são instrumentos de medição de alta precisão. Se seguir as dicas fornecidas abaixo, você vai estabelecer uma boa base para resultados confiáveis.

Ligando

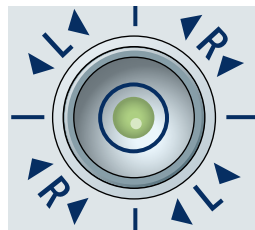
- Não desligue o Analísador de Umidade da fonte de alimentação para permitir que um equilíbrio térmico seja alcançado no interior do aparelho.
- Se for desligar o instrumento, use o botão On/Off para fazê-lo. O Analísador de Umidade, em seguida, entra em modo de espera.



Dica: quando conectado pela primeira vez na fonte de alimentação, recomendamos um período de aclimação de pelo menos 30 minutos.

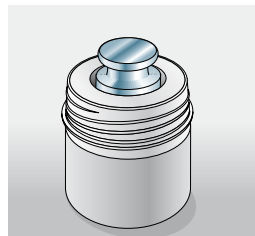
Nivelamento

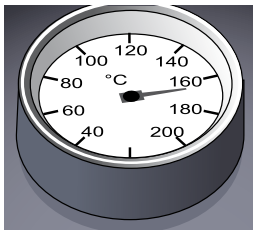
- Alinhe o Analísador de Umidade.
O instrumento tem parafusos no pé e uma verificação de nivelamento (indicador de nível) para um alinhamento preciso. Quando o indicador de nível está centralizado, o dispositivo está na horizontal.
- Verifique se o aparelho está estável.



Ajuste

- Ajuste o módulo de equilíbrio e de aquecimento regularmente, especialmente
 - quando operar o Analísador de Umidade, pela primeira vez,
 - depois de mudar a localização,
 - depois de grandes mudanças na temperatura ambiente,
 - Após nivelamento (somente equilíbrio).





- Ajuste o aparelho em condições de funcionamento.
- A frequência dos ajustes depende de suas exigências de qualidade e os riscos de segurança.

Observação: apenas regule o Analisador de Umidade após o período de aclimação e quando frio (tanto o aparelho quanto o kit de ajuste da temperatura), por exemplo, de manhã, antes da primeira medição. Desta forma você garante que todos os ajustes sejam feitos com o equipamento no mesmo estado.

Dica: use pesos e termômetros com certificado de calibração. Esta é a única maneira de garantir a rastreabilidade do equipamento de teste.



Umidade IPac

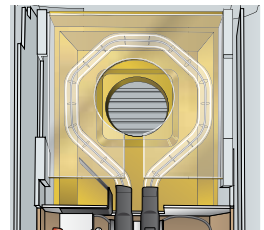
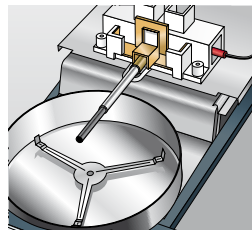
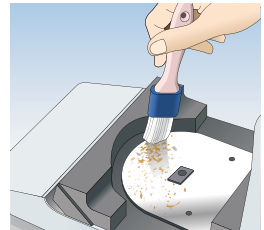
Engenheiros de serviço da METTLER TOLEDO utilizarão umidade IPac para ajudá-lo com a instalação, qualificação e configuração perfeita de seu instrumento. A Umidade IPac inclui um certificado de calibração, instruções de utilização e uma definição para exames de rotina e, portanto, garante o uso imediato do Analisador de Umidade e operação de rotina confiável.

3.2.3. Operação de rotina

Para garantir resultados de medição precisos, as seguintes informações sobre cuidados, intervalos de calibração e manutenção devem ser observadas:

Cuidados com o Analisador de Umidade

- Mantenha a área do prato de amostra limpa.
- Limpe a sujeira do sensor de temperatura e vidro de proteção no módulo de aquecimento (para mais detalhes, consulte as instruções operacionais).
- Use um agente de limpeza suave (por exemplo, limpador de vidro) para limpar o instrumento e área do prato de amostra.
- Substitua o radiador de halogênio refletor se a camada de refletor estiver danificada.



Intervalos de calibração e manutenção

- Ao calibrar regularmente e se necessário ajustando o módulo de aquecimento, você vai garantir uma produção de calor consistente e reproduzível para toda a vida útil do seu instrumento. Isto também significa que seus resultados podem ser comparados com os de outros dispositivos do mesmo modelo. Por isso, recomendamos que você defina intervalos de teste para testar a unidade de pesagem e o módulo de aquecimento (dependendo do risco).
- A manutenção anual realizada pela nossa equipe de serviço garante a qualidade, a precisão da medição e o valor de retenção do seu Analisador.

Dica: o Analisador de umidade de halogênio HR83 permite que você selecione livremente a temperatura do teste, entre 50° C e 180° C. Isso permite que você teste a potência de aquecimento em sua temperatura de secagem específica.



► www.mt.com/smartcal

3.2.4. Manuseio de Amostra



Informações de segurança

- Algumas amostras requerem um cuidado especial, pois podem machucar pessoas ou danificar objetos. Estas incluem, explosivos, substâncias tóxicas, inflamáveis ou corrosivas e/ou amostras que liberam essas substâncias quando secas/aquecidas.
- Nunca faça a secagem de substâncias combustíveis ou explosivas. Em caso de dúvida, use pequenos volumes de amostra (máx. 1 grama) e temperaturas baixas.
- Realize uma análise de risco (por exemplo, com relação ao risco de explosão, combustibilidade, toxicidade e corrosividade de amostras e os vapores liberados quando aquecidos).
- Se necessário, trabalhe em um exaustor (desta forma, os ajustes devem ser realizados neste local).

Aviso: a temperatura da superfície do radiador é superior à temperatura de medição e, portanto, poderá emitir vapores inflamáveis.

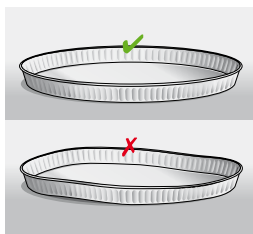
Observação: Por favor, note que o usuário é responsável por danos resultantes do uso dos tipos de amostras mencionadas acima.

Pratos de amostra

- Só use pratos de amostras limpas para determinação de umidade.
- Não utilize pratos de amostra deformados.

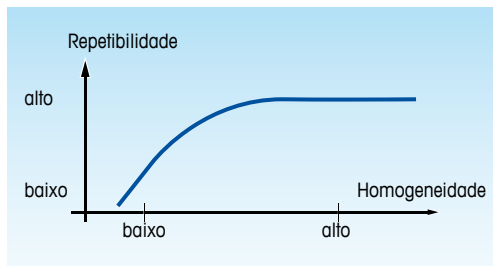
Dica: ao utilizar pratos de amostra de alumínio apenas uma vez, garanta-se medições confiáveis, livres da influência do resíduo remanescente das amostras anteriores ou agentes de limpeza. Estes pratos de amostra de alumínio também estão disponíveis em uma versão reforçada. Estes são adequados para as amostras que se contraem durante a secagem e podem deformar o prato.

Elimine corretamente os pratos usados.



Amostragem

A maneira em que as amostras são extraídas tem um grande impacto sobre a reprodutibilidade dos resultados da medição:



- Representativas do volume total
- Assegure a homogeneidade (misture bem), por exemplo, misture e agite o primeiro volume total etc.
- Amostragem suficiente
- Sem adição ou remoção de umidade quando retirar amostras (trabalhe o mais rápido possível)
- Se medidas não forem tomadas imediatamente: Armazene em recipiente hermético, sem bolsa de ar (totalmente preenchido)

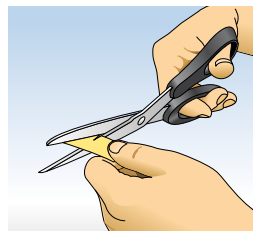


Preparação da amostra

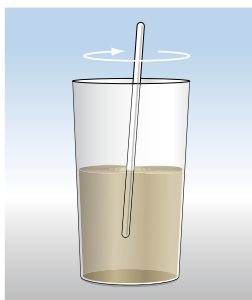
A correta preparação de amostras, uma vez que foram extraídas também é fundamental para resultados reproduzíveis e confiáveis.

- Assegure granulação padronizada (tamanho de partícula).
- Se for necessário aumente a área da superfície da amostra fracionando a amostra. Isto irá assegurar uma melhor e mais rápida liberação de umidade durante a secagem (difusão mais rápida da umidade para a superfície).
- A amostra não deve ser aquecida nesta fase, pois isso faria com que a umidade se perdesse durante a preparação.

O esmagamento mecânico pode ser realizado, por exemplo, usando um pilão, triturador (arrefecido a água), ou simplesmente cortando.



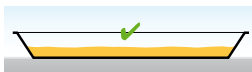
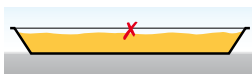
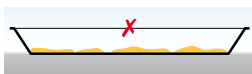
Dica: é possível aumentar a área de superfície e, portanto, acelerar a secagem de líquidos, usando um filtro de fibra de vidro.



Aplicação da amostra

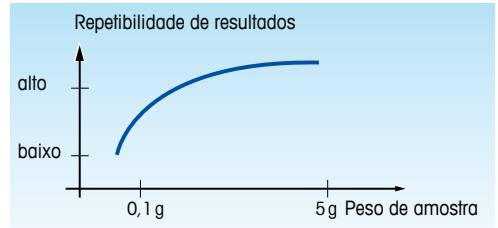
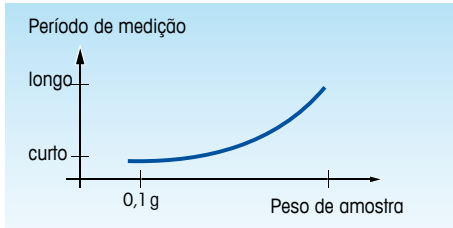
Resultados de amostras uniformes com distribuição homogênea de calor em todo o produto a ser medido e a umidade pode ser difundida uniformemente para fora da amostra. Isto gera resultados que são mais fáceis de reproduzir.

- Misture cuidadosamente a sua amostra antes de adicionar ao prato de amostra.
- Use sempre o mesmo volume da amostra para conseguir uma boa repetibilidade



- Utilize o volume correto de amostra. O prato deve ser fino e uniformemente coberto com a amostra ao longo da superfície total.
- Espalhe a amostra uniformemente sobre o prato (não empilhe).

Influência do peso da amostra na repetição e duração da medição:



Um peso de amostra maior significa que mais água é evaporada e a determinação de umidade vai demorar mais tempo. Além disso, um grande volume de amostra pode resultar numa distribuição irregular do calor e, assim, em resultados menos precisos. Por outro lado, diminui a repetibilidade (desvio padrão superior) já que o peso da amostra diminui:

Desvio padrão para 2g de amostra¹: 0,05%

Desvio padrão para 10g de amostra¹: 0,01%

¹Considerando uma amostra ideal, onde toda a umidade sempre pode ser removida sem causar decomposição (por exemplo, areia úmida). Desvios resultam da incerteza da substância-dependente e da repetibilidade garantida pelo instrumento (neste caso: HR83). Na realidade, a diferença entre as medições que ocorrem em uma série de medições (amostras não ideais) pode ser maior do que os valores indicados na tabela.

3.3. Métodos e amostras especiais

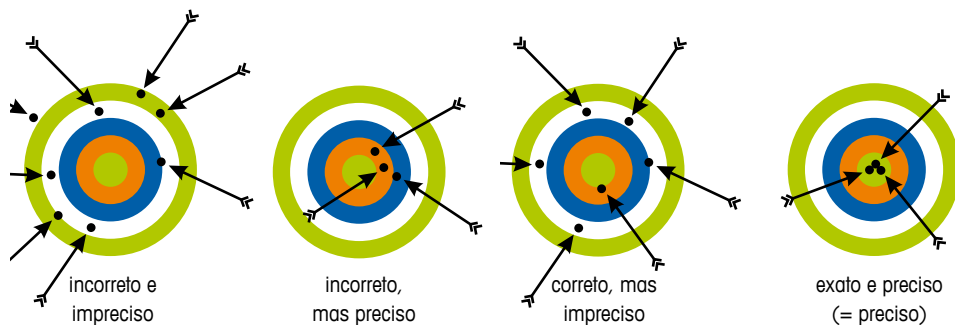
O Analisador de Umidade de Halogênio é um dispositivo de medição de fácil utilização que permite que o teor de umidade de amostras seja determinado de forma fácil e rápida. Muitas vezes existem exigências legais, normas habitualmente utilizadas no comércio ou instruções internas das empresas para as substâncias que definem o método de determinação do teor de umidade. O método de forno ou titulação Karl Fischer é normalmente utilizado como o procedimento de referência.

Nestes casos, o objetivo é obter os mesmos resultados com o Analisador de Umidade de Halogênio assim como com o procedimento de referência (ou para o desvio do valor de referência a ser conhecido e reproduzível). A fim de alcançar este objetivo, os ajustes devem ser feitos para os parâmetros de configuração, tais como a temperatura de secagem, o programa de secagem (ver 3.1 "Princípio da medição"), peso da amostra, bem como o manuseio da amostra. Isto é conhecido como desenvolvimento de método onde os parâmetros mencionados acima descrevem um método. O mesmo método pode ser usado para substâncias diferentes.

O capítulo seguinte descreve os conceitos básicos de como o desenvolvimento de método pode ser realizado. Após isso, você vai encontrar informações de como pode trabalhar com amostras especiais para alcançar resultados de medição precisos.

No entanto, pode ser o caso em que você não está usando um procedimento de referência e, portanto, não têm nenhum valor de referência. O objetivo do desenvolvimento de método, neste caso, é encontrar os parâmetros com os quais você ganha resultados de medições repetitivos (precisos) que podem ser usados para avaliar a qualidade de suas amostras.

Você pode otimizar suas medidas em três aspectos: correção, precisão (repetibilidade) e velocidade. Este diagrama explica os termos correção, precisão e exatidão.



3.3.1. Desenvolvimento de método

- Observe os requisitos básicos estabelecidos no capítulo "3.2 Instalação".
- Também recomendamos a execução do desenvolvimento de método ao longo de um curto período de tempo. Isto irá assegurar que a amostra não se altere mais tarde e, assim, tenha impacto sobre o resultado da medição.
- É melhor desenvolver o método de acordo com as condições de funcionamento, no local onde o Analisador de Umidade está instalado.
- Extraia e prepare suas amostras da mesma maneira como para o procedimento referência (tipicamente forno de secagem).
- Observe como manusear amostras (ver 3.2.4 "Manuseio de amostras").

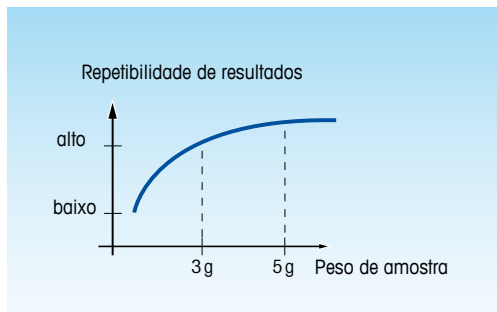
1. Primeira medição: Alcançando o valor de referência

Procure métodos existentes que foram especialmente desenvolvidos para Analisadores de Umidade METTLER TOLEDO. Estes darão uma ideia de possíveis configurações adequadas para a medição inicial.

- Talvez você já tenha um método para uma amostra semelhante?
- Consulte o banco de dados de aplicações da METTLER TOLEDO, este contém grande quantidade de métodos já existentes.

► www.mt.com/moisture-methods

Se você encontrar uma amostra similar, use os parâmetros deste método para a medição inicial com a sua substância. Se você não encontrar quaisquer métodos semelhantes, use as seguintes configurações básicas:

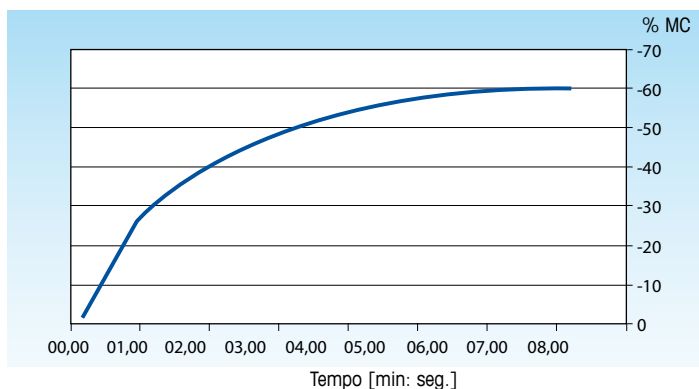


- Secagem padrão
- Temperatura:
 - 1) Temperatura do método de forno
 - 2) Se não existem métodos de forno disponíveis: Amostra orgânica (Sensível à Temperatura): 105° C, Amostra inorgânica (não sensível à Temperatura): 150° C
- Critério de desligamento 3 (1 mg/50s)
- Amostra de 3-5g (espalhar uniformemente sobre o prato da amostra)

Faça uma medição inicial e registre a tendência de medição.

Dica: Consulte as observações das amostras especiais, como as amostras de líquidos fornecidas em 3.3.2 "amostras especiais" e as declarações de segurança 3.2.4 "Manuseio de amostras".

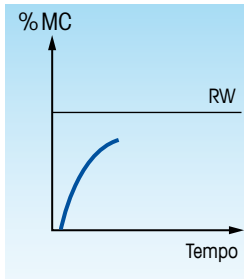
Dica: Ao invés do trabalho complicado de escrever os resultados em uma tabela, a fim de registrar a curva de secagem, você pode usar um software como LabX Umidade Direta para transferir os valores de umidade para o PC durante a medição. Os dados são exibidos imediatamente como uma curva de secagem.



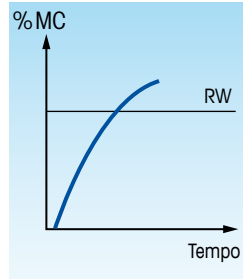
2. Análise de características de secagem

- Olhe para a amostra e faça a avaliação: descoloração grave ou derretimento indicam que você selecionou uma temperatura muito alta.
- Leia o resultado e verifique a curva de secagem para avaliar o comportamento de secagem.

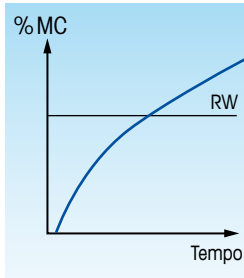
RW = valor de referência



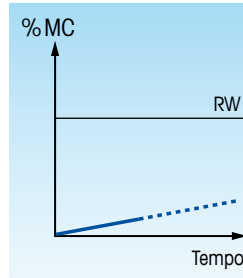
Valor cai abaixo do valor de referência: aumente a temperatura.



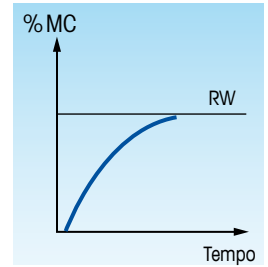
Valor de referência excedido: reduza a temperatura.



O Analisador de Umidade não desliga. O critério de desligamento não foi cumprido pois estão ocorrendo reações de decomposição: reduza a temperatura.



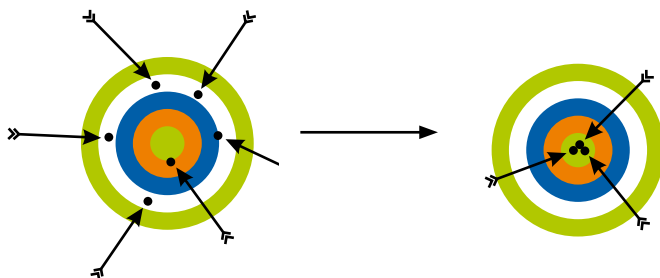
O critério de desligamento não foi cumprido. A medição é interrompida pelo usuário, pois nenhuma umidade é liberada ou está escapando muito lentamente: aumente a temperatura.



Ajuste a temperatura até chegar ao valor de referência (correção).

Agora verifique a repetibilidade, por exemplo, fazendo três medições e calculando o valor médio e o desvio padrão.

3. Precisão otimizada



- Aumente o volume, especialmente para amostras com baixos níveis de umidade.
- Otimize a escolha e preparação de amostras. Especialmente, garanta uma boa homogeneidade e até mesmo a distribuição da amostra.
- Use o critério de desligamento 4 que é mais preciso (1mg/90s) ou 5 (1mg/140s)

4. Velocidade otimizada

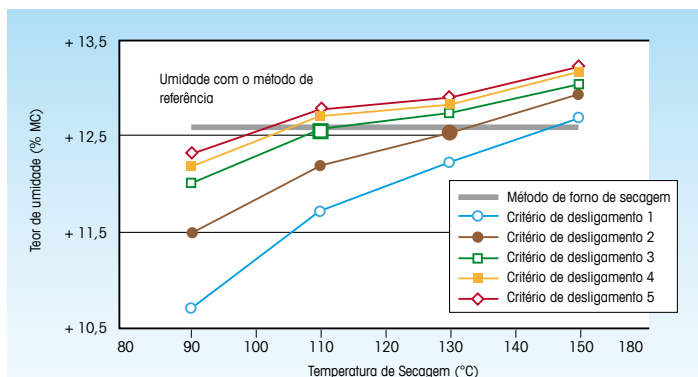
As informações a seguir irão ajudá-lo a obter resultados de medição rapidamente. Os fatores indicados podem ter um impacto sobre a precisão de seus resultados:

- Reduza o peso da amostra.
- Aumente a área de superfície de sua amostra.
- Utilize o programa de secagem, se o teor de umidade for superior a 30%.
- Secagem de etapa com o HR83 pode ser usada de uma forma semelhante a uma secagem rápida. A vantagem deste processo é que você pode selecionar a temperatura e o período de aumento como desejar.

Medição teste

Os modelos principais HG63 e HR83 oferecem as funções de medição teste e AUTOMET (apenas HR83). Estas funções auxiliares ajudam a encontrar um

critério de desligamento adequado. Selecione uma temperatura e volume de amostra para secagem e execute um teste de medição. O relatório impresso mostra quando cada critério de desligamento foi alcançado e o resultado da medição naquela hora. Se você realizar esta medição teste em diferentes temperaturas, é possível estabelecer um critério de desligamento adequado para uma determinada temperatura em que você alcança o valor de referência (ver gráfico).



Neste exemplo, as medições teste foram feitas com farinha em quatro temperaturas diferentes, e os resultados dos critérios de desligamento, comparados com a temperatura de secagem. O objetivo é atingir o valor de referência a partir da determinação com o forno a 103° C. Você pode ver claramente que a seleção de 90° C seria uma temperatura muito baixa e 150° uma temperatura muito alta. Os pontos em que as cinco curvas se cruzam com as linhas de referência mostram as configurações possíveis para a temperatura e combinação de critério de desligamento. As configurações possíveis são, por exemplo, 110° C com o critério de desligamento 3 ou 130° C com o critério de desligamento 2. Critérios de desligamento 3 e 4 geralmente produzem resultados que são fáceis de repetir. O critério de desligamento 2 só deve ser usado se o fator tempo é mais importante do que a repetibilidade.



Teste de Medição AUTOMET (apenas HR83)

O teste de medição AUTOMET é um aprimoramento adicional do teste de medição. Com esta função, você pode usar o botão "Target" para introduzir o valor de referência e o instrumento estabelecerá automaticamente um critério de desligamento adequado para a temperatura selecionada. Este será o ponto no qual a medição corresponde com mais precisão ao valor de referência. Este é critério de desligamento livre, "F". A medição teste AUTOMET propõe apenas o critério de desligamento "F" se a tendência de secagem significar que você pode esperar uma determinação precisa da umidade. O intervalo para o critério de desligamento F é, portanto, limitado entre 1mg/20 segundos e 1mg/180 segundos.

Dica: como as tendências de secagem podem variar ligeiramente até com a mesma temperatura (distribuição de amostras, peso da amostra), repita o teste de medição AUTOMET para o desenvolvimento de método. O valor médio calculado a partir destes processos pode ser salvo como método específico do critério de desligamento F.

Observação: se o valor alvo é atingido, mas o critério de desligamento ainda está fora de 1 mg/20-180 segundos, você não selecionou a temperatura ideal. Se o "F" estiver abaixo de 1mg/20 segundos, reduza a temperatura. Se o "F" estiver acima de 1mg/180 segundos, o critério de desligamento 5 irá tanto fornecer uma melhor aproximação ou pode ser uma boa ideia aumentar a temperatura de secagem. Se o valor desejado não for atingido, pode-se aumentar a temperatura de secagem para obter o resultado desejado.

3.3.2. Amostras especiais

Certas amostras precisam de um procedimento especial para determinar a umidade de forma rápida e correta. Esta seção contém informações sobre como você pode trabalhar com tais amostras para otimizar a determinação de umidade.

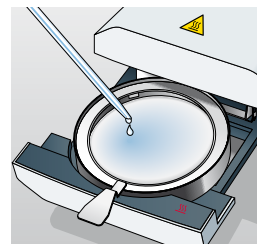
Amostras pastosas, gordurosas e derretidas

- Usar o filtro de fibra de vidro para aumentar a área da superfície das amostras.
- Tare o filtro com o prato da amostra e, em seguida, coloque a amostra sobre ele.

O líquido contido na substância é distribuído uniformemente sobre toda a área do filtro nos capilares do filtro. Isso aumenta a área de superfície da amostra e a umidade pode ser evaporada de forma rápida, fácil e por completo.

Amostras líquidas e muito úmidas

- Utilize o Filtro de Fibra de Vidro.
- Tare o filtro com o prato da amostra e, em seguida, coloque a amostra sobre ele.
- A secagem rápida é adequada para amostras com um teor de umidade muito elevado (> 30%). Neste processo, a temperatura alvo é excedida em 40% durante 3 minutos a fim de acelerar o processo de medição.
- A secagem de etapa (apenas HR83) pode ser usada como uma alternativa à secagem rápida. Aqui, a duração do aumento de temperatura e a temperatura são selecionadas livremente.



Por causa da tensão superficial, as amostras líquidas frequentemente formam gotas sobre o prato de amostra. Isto evita um processo de secagem rápido, porque a evaporação acontece em uma área de superfície líquida limitada. O filtro de fibra de vidro espalha a amostra sobre uma grande área. Isso muitas vezes diminui em mais da metade a duração da medição e também alcança melhor repetibilidade.

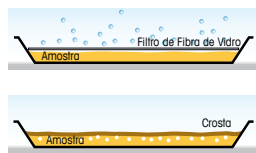
MC<1%

Amostras com teor de umidade muito baixo

- Utilize um peso de amostra suficientemente elevado (por exemplo, 20-30 g).
- Se a umidade só escapa muito lentamente, utilize o critério de desligamento 5 (1mg/140s).
- Utilize uma resolução alta (0,1 mg) (apenas HR83).
- Utilize a temperatura em modo de espera (apenas HR83).
- Pré-aqueça o prato de amostra por 1 minuto à temperatura de modo de espera e, em seguida, tare. Isto melhora a reprodutibilidade dos resultados.

Substâncias que formam uma película, e são sensíveis à temperatura

- Selecione o programa de secagem suave
- Utilize filtro de fibra de vidro (tare o filtro, juntamente com o prato para amostras e depois cubra a amostra com o filtro partindo de cima).



Isto significa que a amostra é coberta pelo filtro de fibra de vidro e, desta forma, protegida contra a radiação de IV para evitar que queime. Isto resulta na amostra que está sendo aquecida mais suavemente. Usar uma secagem suave (lento aquecimento até a temperatura alvo) aumenta esse efeito. Também recomendamos este processo para as substâncias que formam peles ou casca, pois estas prejudicam a evaporação. A formação de cascas é prevenida através da cobertura da amostra com o filtro de fibra de vidro e secagem suave.

Amostras contendo açúcar

- Selecione temperatura moderada. As amostras que contêm elevados níveis de açúcar irão caramelizar na superfície (acima de cerca de 110° C) e, assim, impedirão a umidade de escapar.
- Utilize a secagem suave.
- Aplique fina camada de amostra.

Amostras com componentes altamente voláteis

- Trabalhe com início manual.
- Utilize a secagem suave se necessário.
- Se os vapores são tóxicos, execute uma análise de risco e trabalhe sob um exaustor.
- Se as amostras ou vapores são altamente inflamáveis, execute uma análise de risco e, se necessário, não use o Analisador de Umidade de Halogênio para a secagem.
- Padronize o processamento das amostras (o período de pesagem antes do início da medição, deve ser sempre o mesmo) para melhorar a reprodutibilidade.

Amostras altamente voláteis que contenham solventes (observe a Informação de Segurança, ver 3.2.4 "Manuseio de amostras") podem perder peso antes de iniciar o processo de secagem. Isto irá comprometer o resultado. A amostra deve sempre ser processada do mesmo modo (por exemplo, velocidade) de modo que qualquer desvio seja o menor possível.

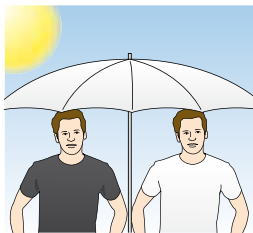
Aquecimento rápido e, portanto, a evaporação rápida da amostra pode também resultar na formação de condensação sob o prato de amostra. Usando o início manual ou uma secagem suave pode-se reduzir os níveis de condensação, assim como evitar uma elevada concentração de vapores altamente voláteis.



Amostras volumosas ou intumescentes

- Use o prato de amostra para amostras volumosas (HA-CAGE)

Amostras intumescentes ou aquelas que são volumosas, como as têxteis, podem produzir resultados de medições incorretos já que elas se unem às partes circundantes do Analisador de Umidade de Halogênio. Recomendamos que você use o HA-CAGE para secar estas amostras.



Amostras coloridas de forma desigual

- Cubra a amostra com o filtro de fibra de vidro.

Devido às diferentes características de absorção, a amostra é aquecida a diferentes níveis em diferentes áreas. O filtro de fibra de vidro garante o aquecimento por igual.

Grânulos de plástico

- De alta resolução (0,1 mg, somente HR83)
- Temperatura em modo de espera (100 °C)
- Secagem de etapa (primeira etapa: 5 min., segunda etapa: 0 min.)
- Critério de desligamento 5
- Peso da amostra 30 g
- Aqueça o prato de amostras de alumínio durante 1 minuto no modo de espera temperatura e, em seguida pese-o.

Grânulos de plástico geralmente requerem um teor muito baixo de umidade (por exemplo, 0,1%) para o processamento (por exemplo, moldagem para injeção). Uma amostra de peso elevado de 30 g é, portanto, necessária para obter uma boa repetibilidade. A secagem de etapa é usada porque o plástico perde umidade muito lentamente. A amostra é aquecida nos 5 minutos da primeira etapa, sem o critério de desligamento ficar ativo. A segunda etapa não

é necessária e, portanto, é definida para 0 minutos. O critério de desligamento só está ativado uma vez que estas duas primeiras etapas já foram concluídas. Utilizando a secagem de etapa, impedindo, assim, que a medição seja interrompida prematuramente.

3.4. A validação de um método

Se você precisa demonstrar que o Analisador de Umidade de Halogênio produz os mesmos resultados que o método de referência, as seguintes informações serão úteis para você. Um procedimento possível é apresentado usando o exemplo de acetato de celulose. Dependendo da indústria em questão, os requisitos de validação podem ser diferentes.

1.) Você pode executar um desenvolvimento de método e determinar os parâmetros com os quais você pode medir o teor de umidade correto de sua amostra. Em outras palavras, você obtém resultados corretos e precisos quando comparados com o método de referência (neste caso: forno de secagem).

	Método forno de secagem conforme o USP/Ph. Eur	Analisador de Umidade de Halogênio HR83
Peso de amostra	1 g	1 g
Temperatura	105 °C	105 °C
Programa de secagem	-	Padrão
Critério de desligamento	-	5
Teor de umidade		
(valor médio, n = 6)	1,68%	1,68%
Desvio padrão	0,01%	0,03%

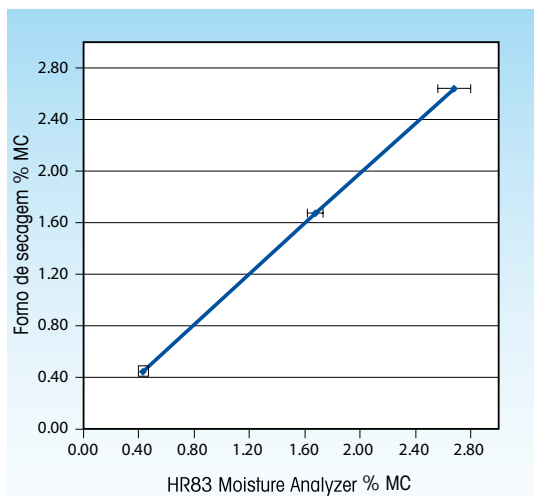
2.) Agora verifique a linearidade para uma variação particular.

Aqui, você deseja demonstrar que o Analisador de umidade de halogênio produz os mesmos valores que o procedimento de referência mesmo se a substância tiver um teor de umidade diferente da usada para o desenvolvimento de método.

Para fazer isso, condicione, por exemplo, mais dois teores de umidade para a sua amostra. Neste exemplo, seque a celulose eflica para 0,4% de teor de umidade e a umedeça para 2,6% de teor de umidade.

Agora meça o teor de umidade das duas amostras condicionadas, ambas com o método de referência e o desenvolvimento de método para o Analisador de umidade de halogênio. Calcule os valores médios e desvios-padrão dos resultados de ambos os procedimentos e avalie se os resultados estão dentro de suas tolerâncias definidas. Você pode desenhar um diagrama como o abaixo.

O gráfico mostra claramente que a validação dos resultados da medição de umidade registrada com o HR83 combina os valores obtidos usando um forno. No entanto, os resultados são obtidos até 10 vezes mais rápido.



3.5. Exemplos de Aplicação

A tabela (explicações podem ser encontradas nas páginas seguintes) mostra os métodos selecionados de indústrias típicas em que o analisador de umidade de halogênio é usado, como alimentos, farmacêutica e plásticos. Você pode encontrar outros métodos desenvolvidos pela METTLER TOLEDO no banco de dados de aplicação online:

► www.mt.com/moisture-methods

Referência

	Método de referência	Preparação de amostras	Procedimento	Peso de amostra [g]	Temperatura [°C]	Meio [úmido %]	Desvio padrão	Período de medição [min]
Farmacêutica								
Etilcelulose	TS	8	a	1	105	1,68	0,01	120
Amido de milho	TS	8	b	1	130	11,47	0,05	90
Gelatina	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
Gelatina , tempo otimizado	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
Alimentos								
Suco de maçã	TS	9	a	10	103	88,94	0,05	180
Manteiga	TS	10	a	2	102	15,13	0,07	240
Carne de vaca	TS	11	a	5	102	74,95	0,02	240
Arroz	TS	12	a	5	131	11,29	0,10	90
Pó de Cacau	TS	13	a	5	102	3,02	0,01	240
Salgadinhos	TS	14	a	5	102	1,03	0,01	240
Queijo magro	TS	15	a	2,5	102	84,17	0,22	240
Plásticos								
PA66	KF	16	c	1	190	0,2024	0,007	40
PET	KF	16	c	2	180	0,0501	0,001	40
ABS	KF	16	c	1	170	0,2416	0,001	40

TS: Forno de secagem KF: Titulação Coulométrica Karl Fischer

Você deve verificar as informações a seguir para se certificar de que corresponda às suas necessidades. O uso de exemplos de aplicação está além do controle da METTLER TOLEDO. Por esta razão, a METTLER TOLEDO não se responsabiliza pela utilização dos métodos. Informações de segurança e avisos devem ser observados.

Analizador de umidade de halogênio

Analizador de umidade de halogênio	Preparação de amostras	Peso de amostra [g]	Programa de secagem	Temperatura [°C]	Critério de desligamento	Meio [úmido %]	Desvio padrão	Período de medição [min]
HR83	1	1	STD	105	5	1,68	0,03	6
HR83	1	3	STD	130	5	11,81	0,05	8
HR83	1	4	STD	105	5	11,37	0,06	30
HR83	1	4	R	130	3	11,63	0,07	8
HB43-S	2	2	R	130	3	88,86	0,05	5
HB43-S	3	3	STD	110	3	15,11	0,09	5
HB43-S	4	3	STD	150	3	75,04	0,10	15
HB43-S	5	5	STD	150	3	11,34	0,08	15
HB43-S	1	1	STD	100	3	3,05	0,06	4
HB43-S	6	5	STD	135	3	1,06	0,03	6
HB43-S	1	2,5	R	130	3	84,17	0,05	15
HR83	7	30	ST	160	5	0,204	0,002	20
HR83	7	30	ST	160	5	0,048	0,002	9
HR83	7	30	ST	130	5	0,243	0,003	19

R: Secagem rápida STD: Secagem padrão ST: Secagem de etapa

Tecla para a tabela anterior

Preparação de amostra para Análise de Umidade

- 1 Misture a amostra, utilize uma espátula para distribuir uniformemente sobre o prato.
- 2 Misture a amostra, aplique uniformemente no filtro de fibra de vidro com a pipeta.
- 3 Deixe a amostra aquecer até a temperatura ambiente, espalhada uniformemente sobre o prato da amostra.
- 4 Homogeneíze a amostra, misture, use uma espátula para distribuir uniformemente em um filtro de fibra de vidro, cubra com um segundo filtro e pressione levemente.
- 5 Triture a amostra, misture, use uma espátula para distribuir uniformemente sobre o prato de amostra.
- 6 Triture a amostra em um pilão, use uma espátula para espalhar uniformemente no prato de amostra.
- 7 Misture a amostra, distribua uniformemente sobre o prato de amostra. Secagem de etapa: 5 min. na temperatura de secagem, 0 min. na temperatura de secagem, a temperatura final (temperatura de secagem).

Preparação de amostras para o Método de Referência

- 8 Pese o frasco de pesagem (secado durante 1 hora à temperatura do forno e resfriado). Espalhe uniformemente amostra no vidro, pese, e em seguida, coloque no forno.
- 9 Prato de metal seco (aprox. 8cm) com 10 g de areia, vidro agitador e tampa no forno (103° C, 30 minutos), deixe esfriar no dessecador, pese. Misture a amostra, adicione com a pipeta, pese, misture com areia, evapore em banho-maria por 30 minutos.

-
- 10** Prato de metal seco (aprox. 5cm) com tampa no forno (102° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Deixe a amostra aquecer até a temperatura ambiente, misture, adicione e pese.
 - 11** Recipiente de pesagem seco com 20 g de areia, um agitador de vidro e tampa no forno (102° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Homogeneíze a amostra, misture, adicione, pese, misture com areia.
 - 12** Recipiente de pesagem seco com tampa no forno (131° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Triture a amostra, misture, adicione e pese.
 - 13** Recipiente de pesagem seco com tampa no forno (103° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Misture a amostra, adicione, pese.
 - 14** Recipiente de pesagem seco com tampa no forno (102° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Triture a amostra num pilão, misture, adicione e pese.
 - 15** Recipiente de pesagem seco com 10 g de areia, um agitador de vidro e tampa no forno (102° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese. Misture a amostra, adicione, pese e triture com areia.
 - 16** Frasco de amostra seco no forno (100 ° C, 1h), deixe resfriar no dessecador, pese (tare). Adicione a amostra e vede o frasco.

Procedimento

- a** Seque a amostra no forno, em seguida, deixe o frasco de pesagem no dessecador para resfriar à temperatura ambiente e pese.
- b** Seque a amostra no forno, deixe resfriar no dessecador, pese. Repita o processo até que a massa constante seja atingida.
- c** A água é expelida da amostra no forno e transportada para dentro da célula de titulação, utilizando um fluxo de nitrogênio.

4. Visão geral de diferentes tecnologias para determinação de umidade

Vários processos de medição têm sido desenvolvidos para determinação do teor de umidade. A tabela abaixo mostra uma seleção de tecnologias de medição típicas e descreve as vantagens e desvantagens desses procedimentos.

	Forno de secagem*	Secagem com infravermelho	Halogênio de secagem*	Secagem em microondas
Procedimento	Termogravimétrico	Termogravimétrico	Termogravimétrico	Termogravimétrico
Método de medição	Aquecimento da amostra por convecção. Determinação da massa antes e após a secagem.	Aquecimento por absorção de radiação IV de um radiador de metal. Determinação contínua da massa durante o processo de secagem.	Aquecimento por absorção de radiação IV de um radiador de halogênio. Determinação contínua da massa durante o processo de secagem.	Aquecimento por absorção de microondas. Determinação da massa antes e após a secagem.
Vantagens	<ul style="list-style-type: none"> • Geralmente procedimento de referência • Distribuição uniforme do calor sobre amostra • Várias amostras podem ser determinadas ao mesmo tempo • Grande volume de amostras possíveis 	<ul style="list-style-type: none"> • Período de medição a curto \{174 \} (tipicamente 5 - 15 min.) • Grande volume de amostras possíveis • Manuseio simples • Instrumento compacto 	<ul style="list-style-type: none"> • Bom controle de temperatura • Distribuição uniforme do calor sobre amostra • Excelente característica de partida quente/frio • Medição rápida (tipicamente 3 – 10 min.) • Grande volume de amostras possíveis • Manuseio simples • Instrumento compacto • Outras substâncias que a água pode evaporar 	<ul style="list-style-type: none"> • Muito rápido (tipicamente 2 – 5 min.) • Grande volume de amostras possíveis
Desvantagens	<ul style="list-style-type: none"> • Período de determinação muito longo (horas) • Outras substâncias que a água pode evaporar • Propensa a erros por causa do alto nível de manuseamento envolvido 	<ul style="list-style-type: none"> • Outras substâncias que a água pode evaporar • Difícil de controlar 		<ul style="list-style-type: none"> • Não é adequado para substâncias com baixo teor de umidade • Controle de temperatura moderado • Outras substâncias que a água pode evaporar

Titulação Karl Fischer*	Hidreto de cálcio	Espectroscopia de microondas	Espectroscopia de infravermelho	Refratometria*
Químico	Químico	Espectroscopia	Espectroscopia	Óptico
O iodo é titulado e consumido na presença de água. Este consumo de iodo é proporcional ao teor da amostra de água.	O hidrogênio é liberado na presença de água. O volume de hidrogênio é proporcional ao volume de água e pode ser medido como uma mudança na pressão, ou utilizando um eletrodo de hidrogênio.	Medição de absorção/reflexão de radiações de microondas	Medição de absorção/reflexão de Radiação Infravermelha (IV)	Medição do Índice de Refração
<ul style="list-style-type: none"> • Procedimento de referência • Água seletiva • Adequado para níveis extremamente baixos de umidade 	<ul style="list-style-type: none"> • Água seletiva • Moderadamente rápida (15 – 30 min.) 	<ul style="list-style-type: none"> • Medição de tempo muito curto (menos de 1 min.) • Medição online possível 	<ul style="list-style-type: none"> • Medição de tempo muito curto (menos de 1 min.) • Medição online possível 	<ul style="list-style-type: none"> • Procedimento rápido • Pouco esforço • Móvel
<ul style="list-style-type: none"> • Reagentes e laboratório necessários • Procedimento de química-líquida (equipe treinada necessária) 	<ul style="list-style-type: none"> • Propensos ao funcionamento incorreto • É necessário reagente 	<ul style="list-style-type: none"> • Substância específica calibração necessária • Influenciado por: Densidade e tamanho de grão 	<ul style="list-style-type: none"> • Substância específica calibração necessária • Medição de superfície úmida apenas • Depende da temperatura e tamanho do grão 	<ul style="list-style-type: none"> • Apenas adequado para algumas substâncias (por exemplo, soluções de açúcar)

* Instrumentos METTLER TOLEDO disponíveis.

5. Termos técnicos

Umidade (Teor de umidade): nos processos termogravimétricos a umidade de um material inclui todas as substâncias que volatilizam durante o aquecimento e, portanto, contribuem para a perda de massa do material. Além da água pode também incluir o álcool ou produtos de decomposição. Ao utilizar métodos termogravimétricos de medição não é feita qualquer distinção entre os componentes de água e componentes altamente voláteis.

Conteúdo seco: proporção de sólidos de uma mistura de substâncias compostas de sólidos e líquidos, em relação à massa total da mistura.

Termogravimetria / determinação de umidade termogravimétrica: processos termogravimétricos são métodos de pesagem-secagem em que as amostras são secas até que uma massa constante (ou tempo definido) seja atingido. A mudança na massa é interpretada como umidade liberada.

Observação: se as substâncias contêm outros componentes voláteis além da água, o resultado de medição não tem de ser descrito como teor de água. No entanto, se você sabe o teor de água de tal amostra, você pode determinar este valor através de um processo termogravimétrico (ex. halogênio de secagem) selecionando parâmetros de secagem apropriados.

Procedimento de Referência: processo de medição para determinar o teor de umidade que permite a rastreabilidade para os padrões (estatutários). Diferentes componentes (água, outras substâncias voláteis) podem ser medidos de acordo com o procedimento de referência utilizado.

Procedimento de forno de secagem: método termogravimétrico para determinação do teor de umidade da amostra. Esta amostra é seca no forno durante um período de tempo determinado à temperatura constante. O percentual de umidade é determinado a partir da diferença de peso antes e após a secagem. Por razões históricas, este procedimento muitas vezes faz parte da legislação (normas de Alimentos, USP ¹⁾ etc.)

Nível de secagem: o nível de secura de uma amostra é a diminuição do peso determinado (Δ g) durante uma unidade de tempo definida (critério de desligamento) considerando-se que o peso inicial é sempre o mesmo.

¹⁾ USP United States Pharmacopeia (Farmacopeia dos Estados Unidos): Perda por secagem [USP <731>]

Método: um método descreve como o resultado correto é alcançado. Isso inclui todos os passos necessários, tais como as configurações do dispositivo, a seleção dos parâmetros de medição, preparação e processamento das amostras.

Infravermelho (radiação): raios infravermelhos são ondas eletromagnéticas (780 nm a 1 mm), que vêm após a luz visível (380-780 nm) no espectro eletromagnético. As pessoas não podem ver esses raios, mas eles são percebidos como calor.

Correção: termo qualitativo, descrevendo um julgamento do desvio sistemático das medições. A medida que o valor esperado (valor médio) de uma série de valores medidos corresponde ao valor real do objeto a ser medido ([ISO ²⁾ 5725] 3.7).

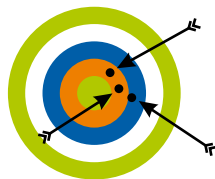
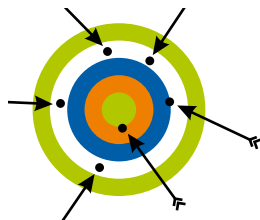
Observação: a correção pode ser avaliada apenas quando existem vários valores medidos, bem como um valor de referência correto reconhecido.

Precisão: termo qualitativo, descrevendo um julgamento da variação média das medições. A extensão em que os valores medidos independentes obtidos em condições estipuladas correspondem um ao outro ([ISO ²⁾ 5725] 3.1.2). A precisão depende apenas da distribuição de desvios aleatórios e não se relaciona com o valor real da variável de medição (precisão).

Observação: a precisão pode ser avaliada somente quando existem vários valores medidos.

Repetibilidade: a medida que os resultados de uma série de medições da mesma quantidade medida, realizada sob as mesmas condições de medição, correspondem um ao outro.

A série de medições deve ser realizada pelo mesmo operador, utilizando o mesmo método, na mesma posição sobre o suporte (prato de amostra), no mesmo local de instalação, em condições ambientais constantes e sem interrupção. O desvio padrão da série de medições é uma medida apropriada para expressar o valor de repetibilidade. O grau de repetibilidade não é apenas



²⁾ ISO International Standards Organization (Organização Internacional para Padronização)

uma característica determinada pelo Analisador de Umidade. A repetibilidade também é afetada pelas condições ambientais (correntes de ar, variações de temperatura, vibrações), pelo exemplo e pela preparação consistente das amostras.

Valor médio:

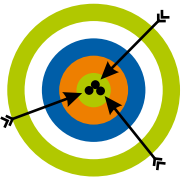
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

x_i = i-th resultado da série

n: número de medições, normalmente 10

O desvio padrão s é usado como uma medida da repetibilidade.

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$



Precisão: nome qualitativo para o grau em que os resultados de testes aproximam-se do valor de referência, que pode ser o valor correto ou esperado, dependendo da definição ou acordo [DIN ³⁾ 55350-13].

A exatidão nas medições repetidas requer correção e precisão. Isso não se aplica necessariamente a uma medição individual.

Reprodutibilidade: o grau de aproximação entre os valores medidos para a mesma variável medida, embora as medições individuais sejam realizadas em diferentes condições (que são especificadas) em relação

- ao processo de medição
- ao observador
- ao instrumento de medição
- ao local de medição
- as condições de uso
- ao tempo

³⁾ DIN Instituto Alemão de Padronização

Qualificação (Qualificação do Equipamento): Verificação e documentação de que o equipamento e as tecnologias utilizadas são adequados para a tarefa pretendida. As etapas seguintes são combinadas na Qualificação de Equipamentos (EQ): Qualificação de Projeto (DQ), Qualificação de Instalação (QI), Qualificação Operacional (OO), Qualificação de Desempenho (PQ) e Qualificação de Manutenção (MQ).

DQ: Definição dos requisitos de especificações de equipamentos e documentação do processo de tomada de decisão.

IQ: Garantia e documentação de que o equipamento fornecido corresponde às especificações encomendadas, que o equipamento está instalado corretamente e o ambiente é adequado para a operação.

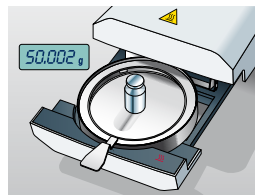
OQ: Documentação da funcionalidade do equipamento de acordo com as especificações definidas.

PQ: Documentação que o equipamento satisfaz os requisitos e especificações de operação de rotina.

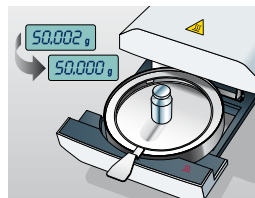
MQ: Descrição e documentação de todas as medidas necessárias para a manutenção planejada, calibração periódica, cuidado com o instrumento e treinamento do usuário.

Validação: O fornecimento de provas e sua documentação para mostrar que um instrumento (ou um método) entrega o resultado esperado.

Calibração (teste): Determinar o desvio entre o valor medido e o verdadeiro valor da variável de medição sob condições de medição específicas, sem fazer quaisquer alterações (ajustes).



Ajuste: Ajuste do instrumento de medição até que a medição esteja correta: Primeiro, o desvio é detectado entre o valor medido e o valor verdadeiro (calibração), então a correção correspondente é realizada.



6. Índice

- A**
Absorção 6, 36
Ajuste 11, 13, 41
Amostras de alimentação 16, 27, 39
AutoMet 24
- B**
Bancada de pesagem 8
- C**
Calibração 12, 13, 41
Conteúdo de umidade 3, 5, 16, 26, 38
Conteúdo seco 38
Critério de desligamento 7, 22, 24
Cuidado 13, 41
Curva de secagem 20, 21
- D**
Declaração de segurança 14, 20, 27
Decomposição 21, 38
Desenvolvimento de método 18, 19, 24, 30
- E**
Espectroscopia de infravermelho 37
Espectroscopia de microondas 37
Exemplos de aplicações 32
- F**
Filtro de Fibra de vidro 15, 25, 26, 28
Forno de secagem 4, 6, 18, 19, 20, 30, 32, 36, 38
- H**
Halogênio de radiação 3, 5
Halogênio de secagem 36
Hidreto de cálcio 37
- I**
Instalação 8, 19, 41
IPac 12
- L**
LabX 20
Líquidos 15, 25
Luz 10
- M**
Manuseio de amostras 14, 18, 19
Manutenção 13, 41
Método 18, 19, 30, 32, 39
Métodos de validação 30
- N**
Nível de secagem 7, 38
Nivelamento 11
- P**
Prato de amostra 14
Precisão 18, 22, 39
Procedimento de referência 4, 18, 19, 36, 38

Q

Qualificação 12, 41

Queimando 26

R

Raios infravermelhos 5, 6, 39

Recolhimento de amostras 15, 19, 22

Refratometria 37

S

Sala de trabalho 9

Secagem em microondas 36

Secagem infravermelha 5, 36

T

Temperatura 6, 9, 14, 18, 20, 23, 24

Temperatura teste 22

Termogravimetria 3, 5, 36, 38

Titulação Karl Fischer 32, 37, 38

U

Umidade do ar 9

V

Validação 30, 41

Volume de amostra 7, 14, 16, 17, 22

7. Literatura

Berliner M. A., Feuchtemessung, VEB Verlag Berlin, 1980

Krahl T., Schnellbestimmer für Materialfeuchte und Wassergehalt, Goltze, Göttingen, 1994

Lück W., Feuchtigkeit. Grundlagen, Messung, Regelung, Oldenbourg Verlag, Munich, 1964

Nater R., Reichmuth A., Schwartz R., Borys M., Zervos P., Wägelexikon, Springer Verlag 2008

Schubnell M., Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 1,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Schubnell M., Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 2,
UserCom 2/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Wagner M., Bestimmung der Adsorption/Desorption von Feuchtigkeit und pharmazeutischen Substanzen,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Wernecke R., Industrielle Feuchtemessung, Wiley, Weinheim, 2003

Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bundesamt für Gesundheit, Abteilung Lebensmittelsicherheit, Berne

Wägebibel, Richtiges Wägen mit Laborwaagen, METTLER TOLEDO, 2008

Methoden der Feuchtegehaltsbestimmung, METTLER TOLEDO, 2002

Validation of Titration Methods, METTLER TOLEDO, 1997

Guidelines for Result Check, Method Validation and Instrument Certification, METTLER TOLEDO, 1997

8. Acessórios



HB43-S / HS153 / HX204	Nº de Pedido MT	Comentários
Manuseio de Amostras (Ø 90 mm)		
Prato de amostra de alumínio, HA-D90	00013865	conjunto de 80
Prato de amostra de alumínio profissional (extra forte)	11113863	conjunto de 80
Prato de pesagem têxtil, HA-CAGE (armação de ouro para amostras volumosas)	00214695	1 peça
Discos de fibra de vidro, HA-F1	00214464	conjunto de 100
Impressora		
Impressora RS-P42 com interface RS232	00229265	
Impressora RS-P25	11124300	
Papel de impressão	00072456	5 rolos por conjunto
Papel de impressão (auto-adesivo)	11600388	3 rolos por conjunto
Fita da impressora, preta	00065975	conjunto de 2
Gerenciamento de qualidade		
Conjunto de ajuste de temperatura certificado (para HX/HS)	30020851	
Conjunto de ajuste de temperatura certificado (para HB43-S/MJ33)	00214528	
Substância de Referência cSmartCal (certificada, conjunto de 24)	30005791	
Substância de Referência cSmartCal (certificada, conjunto de 12)	30005793	
Substância de Referência cSmartCal (conjunto de 24)	30005790	
Substância de Referência cSmartCal (conjunto de 12)	30005792	
StarterPac cSmartCal™ (todos acessórios, protocolos e 12 testes)	30005918	
Peso de ajuste certificado de 200 g (HX)	11119532	
Peso de ajuste certificado de 100 g (HS)	11119531	
Peso de ajuste certificado de 20 g (HB/MJ)	11119529	
Acessórios		
Capa de proteção HX/HS para terminal	30003957	1 peça
Cobertura de proteção com resistência a produtos químicos HB43-S	11113363	2 por conjunto
Suporte HX/HS para terminal	30018474	1 peça
Filtro de poeira HX/HS	30020838	conjunto de 50

Mettler-Toledo Ind. e Com. Ltda.

Divisão Laboratório
Av. Tamboré, 418 - Tamboré
06460-000 Barueri - SP
Tel.: 11 4166-7400
Fax: 11 4166-7401
laboratorio@mt.com

www.mt.com/moisture

Para mais informações

Sujeito a modificações técnicas
© 07/2013 Mettler-Toledo AG
Impresso no Brasil 30087427