

# Manual de Instalação e Operação

Espectrofotômetro

***600Pl $\mu$ s***





Obrigado pela escolha de mais um espectrofotômetro da linha FEMTO!

A FEMTO, líder em desenvolvimento e fabricação de espectrofotômetros no mercado brasileiro, orgulha-se em tê-los como cliente.

Você está adquirindo um produto com alta tecnologia, confiável e excelente apoio de manutenção e serviço.

Ao receber este aparelho começa o serviço pós-venda. Obtenha maiores informações no site [www.femto.com.br](http://www.femto.com.br).

Queremos manter aberta a comunicação com você. Teremos prazer em servi-lo.

Fabricado por:  
Femto Indústria e Comércio de Instrumentos Ltda  
Rua Jaguarí, 12 Bosque da Saúde  
CEP 04137-080 São Paulo – BRASIL  
CNPJ 59.720.862/0001-31  
Resp. Técnico: Celina Sadako Takayama  
CRQ No. 041145 00

## Índice

Introdução .....	1
Instalação .....	1
Local de instalação .....	1
Instruções de instalação .....	1
Operação .....	2
Descrição do painel frontal .....	2
Descrição do painel traseiro .....	2
Descrição do teclado .....	3
Executando leituras .....	4
Calibração de 100%T.....	4
Trocando o comprimento de onda .....	4
Utilizando curvas de calibração .....	4
Definindo curvas de calibração .....	5
Criando curvas de calibração .....	5
Fazendo leitura de amostras .....	7
Utilizando métodos específicos .....	8
Imprimindo resultados .....	9
Configurando o equipamento .....	9
Apagando os dados gravados .....	9
Manutenção .....	10
Substituição da lâmpada de Tungstênio/Halogênio .....	10
Limpeza externa do equipamento .....	11
Manutenção preventiva .....	11
Testes de funcionamento .....	12
Estabilidade .....	12
Reprodutibilidade .....	12
Linearidade .....	12
Comprimento de onda .....	13
Luz espúria .....	13
Problemas e soluções .....	14
Não zera a absorbância .....	14
Equipamento oscilando .....	14
Leitura não reprodutiva .....	14
Falta de linearidade .....	14
Falta de sensibilidade .....	14
Métodos específicos .....	15
Método Cor ICUMSA .....	15
Método FIA – Flow Injection Analysis .....	16
Método cinético .....	21
Método termostatizável .....	22
Especificações técnicas .....	23
Contate a Femto .....	24

## **Introdução**

O Espectrofotômetro 600 Plus é um equipamento microprocessado concebido para realizar análises na região do espectro visível. A sua aplicação está voltada para os laboratórios de química, controle de qualidade, industrial, etc. Ele é composto por uma unidade ótico/mecânica (fonte de luz e monocromador) e por uma unidade elétrica/eletrônica (controle e aquisição de sinal fotométrico).

O seu software permite executar automaticamente a calibração do zero, com um simples toque. Permite, também, a troca de comprimentos de onda por comandos executados pelo teclado ou acionados automaticamente por qualquer uma das 180 curvas de calibração (lineares) armazenadas em sua memória.

Alguns métodos específicos podem ser agregados ao equipamento como, por exemplo, cálculo da cor ICUMSA, FIA, cinético e termostatizado. Consulte a Femto sobre a possibilidade de implementação de novos métodos.

## **Instalação**

### **Local de instalação**

Ambiente arejado, limpo, e isento de vapores ou gases corrosivos.  
Longe da incidência de luz solar direta.  
Distante de fontes de radiação tipo raios-x e raios gama.  
Em bancada sólida.  
Com rede elétrica sem ruídos, picos de tensão ou oscilações fortes.  
Em temperatura entre 10 a 30 °C e umidade do ar sem condensação.

### **Instruções de instalação**

Retirar o equipamento da embalagem com cuidado.  
Remover o plástico bolha.  
Ligar na rede elétrica (A comutação de tensão é automática para 117 ou 220 Volts, basta conectar à tomada).  
O equipamento está pronto para uso.

## Operação

### Descrição do painel frontal

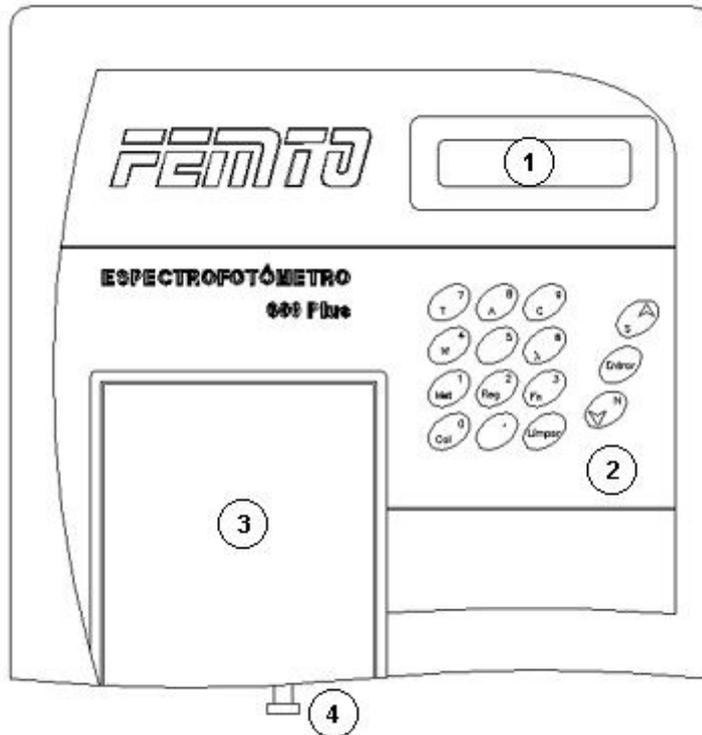


Fig. 01 - Painel Frontal

Na figura ao lado estão representados os principais componentes do painel frontal do equipamento.

- 1 – Display digital.
- 2 – Teclado de comando.
- 3 – Tampa do compartimento de amostra
- 4 – Puxador para troca da cubeta.

### Descrição do painel traseiro

Na figura ao lado estão representados os principais componentes do painel traseiro do equipamento.

- 5 – Saída paralela Centronics.
- 6 – Saída serial RS232C (ou RS485 opcional).
- 7 – Chave liga/desliga.
- 8 – Cabo de força.

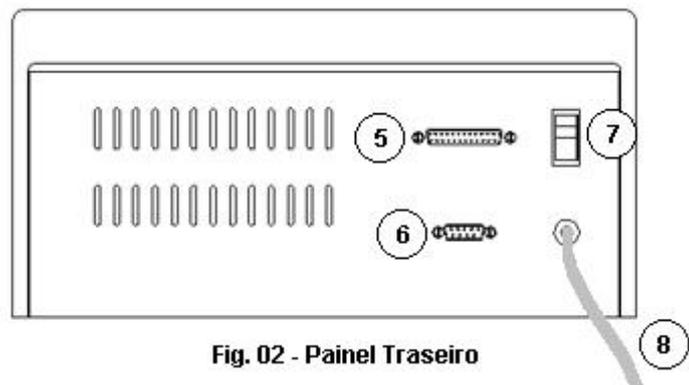


Fig. 02 - Painel Traseiro

## Descrição do teclado

A operação do Espectrofotômetro 600 Plus é toda feita pelo teclado. Durante a inicialização do equipamento é feita uma calibração interna dos seus componentes ótico-mecânico e eletrônico.

Os comandos disponíveis são:

<u>Tecla</u>	<u>Comando</u>
T	Leitura em transmitância
A	Leitura em Absorvância
C	Leitura em concentração
$\lambda$	Troca de comprimento de onda
Met	Métodos específicos
Reg	Seleção da Curva de Calibração
Fn	Tecla de segunda Função
Cal	Calibração de 100%T (ou 0,000 Abs.)
Limpar	Tecla de cancelamento
^	Tecla de rolagem em menus rotativos / Tecla de resposta “Sim”
Entra	Tecla de confirmação ( <b>Enter</b> ) / Impressão de leitura
v	Tecla de rolagem em menus rotativos / Tecla de resposta “Não”

Alternativamente podem ser executados os seguintes comandos através da tecla de segunda função (“Fn”):

<u>Tecla</u>	<u>Comando</u>
Fn + Reg	Calibração e Edição das curvas de calibração (regressão)
Fn + Entra	Ejeção de papel da impressora
Fn + Cal	Configuração de parâmetros de operação do equipamento

## Executando leituras

Ligue o equipamento, através da chave (10) no painel traseiro. O display irá exibir uma mensagem com o modelo do equipamento e em seguida uma de “Aguarde...”. Aguarde a finalização do processo de inicialização que poderá levar alguns segundos dependendo da condição inicial do equipamento.

Quando estiver pronto o display (1) exibirá a leitura em %T e o comprimento de onda em nm.

Para fazer leituras em Absorvância, tecle “A”. O display, então, passará a exibir o valor equivalente em Abs.

Para fazer leituras em Concentração, tecle “C”. O display irá exibir momentaneamente o número da curva de calibração selecionada e, em seguida, passará a exibir o valor equivalente em concentração e sua unidade, a absorvância e o comprimento de onda.

Para fazer leituras em Transmitância novamente, tecle “T”. O display, então, passará a exibir o valor equivalente em %T.

*Nota: Aguarde alguns minutos antes de começar a fazer medidas. É o tempo necessário para que todo o sistema eletrônico entre em regime estável (estabilização da temperatura interna dos componentes).*

## Calibração de 100%T

Coloque numa cubeta a sua solução “branco” e faça uma leitura do mesmo. Para calibrá-lo como 100%T (ou 0,000 Abs.) pressione “Cal”. O display irá exibir a mensagem “calibrando...”. Ao término do processo voltará a fazer as leituras normalmente.

## Trocando de comprimento de onda

Para trocar de comprimento de onda tecle “λ”. Digite o comprimento de onda desejado e tecle “**Entra**”. Aguarde o sistema posicionar no novo comprimento de onda. Calibre o 100%T e estará pronto para leitura novamente.

## Utilizando curvas de calibração

Para utilizar uma curva de calibração (leituras em “Conc”) é necessário selecioná-lo. Tecele “**Reg**” e informe o número da curva de calibração (0 a 180). A curva em questão será selecionada para a determinação das concentrações nas leituras que se seguirão. Note que o equipamento será posicionado no comprimento de onda definido para esta curva. Veja em seguida como configurar esse parâmetro.

## Definindo curvas de calibração

Tecla “**Fn**” (aguarde o display exibir “F” no canto do display) + “**Reg**” para entrar em modo de calibração. Utilize as teclas de rolagem para navegar entre as opções indicadas abaixo. Tecla “**Entra**” para ativar o comando desejado.

Editar: Permite editar ou inserir uma curva de calibração pelo teclado. Informe os valores abaixo:

Fat A: Fator A da curva  $Conc = A * Abs. + B$

Fat B: Fator B da curva  $Conc = A * Abs. + B$

Nm: Comprimento de onda de leitura

Unid: Unidade de leitura (Use as teclas de rolagem para selecionar)

Criar: Permite fazer uma nova calibração através de leitura de padrões. Informe inicialmente o comprimento de onda e a unidade de leitura. O monocromador irá posicionar no comprimento de onda fornecido. Coloque o primeiro padrão para leitura e tecla “**Entra**” para em seguida fornecer o valor da concentração deste padrão. Caso haja mais padrões para ser utilizado na calibração responda “**Sim**” para “Prox. Padrão [S/N]?”. Repita a operação para todos os padrões a serem utilizados na calibração e responda “**Não**” para encerrar. O Sistema irá determinar os fatores da curva levantada e exibirá a correlação obtida com os dados utilizados. Caso tenha um bom resultado (próximo a 1) aceite com “**Sim**”. Caso contrário repita todo o processo novamente. Para visualizar os fatores determinados utilize a opção “**Editar**”.

*Nota: É importante que se observe a linearidade dos padrões utilizados para que se tenha uma boa correlação dos dados.*

Apagar: Permite eliminar uma curva calibrada anteriormente. Tecla “**Sim**” para confirmar.

Para sair do modo de calibração tecla “**Limpar**”.

## Criando curvas de calibração

1. Tecla “**Fn**”  + “**Reg**” 

Curva:

O aparelho exibirá no display “**curva:**”

2. Digite o nº desejado para armazenar a curva. (é possível armazenar curvas do nº 1 ao 180)

Ex: curva “**13**”

Pressione   + 

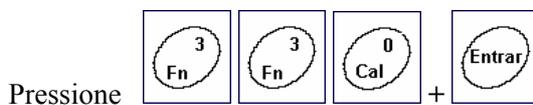
REGRESSAO  
Editar

O display exibirá “**REGRESSAO Editar**”

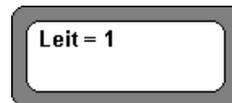
3. Pressione a tecla de rolagem  para selecionar “**REGRESSAO Criar**”



4. Tecele “**Entrar**”  para ativar o comando “**REGRESSAO Criar**”
5. Digite o comprimento de onda desejado.



6. O display exibirá a seguinte opção “**Leit = 1**”



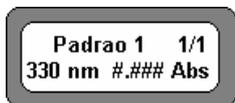
Este parâmetro pode ser modificado para “**Leit = 3**” no caso de análises clínicas. Nesse caso é calculada uma média de 3 leituras do mesmo padrão .

7. Tecele “**Entrar**”  . O display exibirá “**Unid = Conc**”

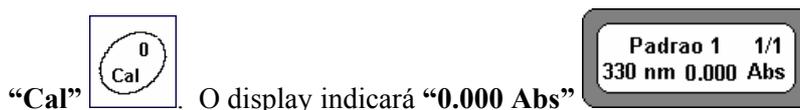
Utilize as teclas de rolagem  ou  para selecionar a unidade desejada.



8. Tecele “**Entrar**”  . O display exibirá “**Padrão 1 1/1**”



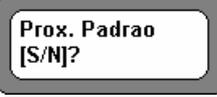
9. Coloque a cubeta contendo a solução BRANCO no compartimento de amostras e tecele

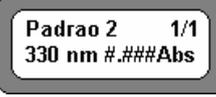


10. Coloque a cubeta contendo um dos padrões com a concentração conhecida e tecele  . O display exibirá “**Conc = 1.000**”.

Digite a concentração do padrão.

Ex: “Conc = 3.5”   

Tecele . O display indicará 

11. Tecele . O display indicará 

12. Retire a cubeta com o 1º padrão e insira o 2º padrão. Tecele  e digite a concentração do 2º padrão:

Ex: “Conc = 5.5”. Tecele    e . O display indicará

. Repita esse procedimento com os demais padrões.

13. Depois de registrados todos os padrões; tecele 

O display indicará 

14. Se o valor da correlação for próximo de 1, tecele . O display exibirá

. Para finalizar a criação da curva de calibração, tecele 

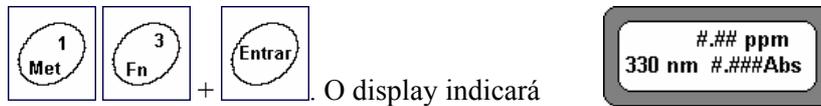
Caso o valor de correlação não for aceitável tecele  e repita o procedimento “Criando curvas de calibração”

## Fazendo leitura de amostras

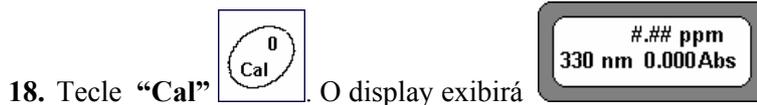
15. Tecele “Reg” . O display exibirá 

16. Tecele o número da curva de calibração memorizada, correspondente à leitura da amostra desejada.

Ex: curva “13”

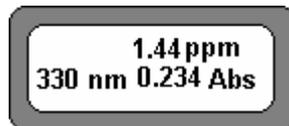


17. Introduza no compartimento de amostra a cubeta contendo a solução Branco em uma das posições e feche o compartimento.



19. Introduza no compartimento de amostra a cubeta contendo a amostra em uma das outras duas posições disponíveis no suporte.

20. Feche o compartimento e observe o resultado no display, conforme exemplo :



21. Repita os passos 19 e 20 para as demais leituras de amostras.

## Utilizando métodos específicos

Para utilizar um método específico tecele “**Met**”. Com as teclas de rolagem verifique os métodos implantados nesta versão do software.

Para selecionar o método simplesmente tecele “**Entra**”.

No Capítulo Métodos específicos são descritos cada um desses métodos.

*Nota: Os métodos implantados poderão variar em cada versão de software.*

## Imprimindo resultados

Para imprimir uma leitura simplesmente tecle “**Entra**”. Caso haja uma impressora conectada na porta paralela esta leitura será impressa. A mesma informação é também enviada à porta serial, de modo que um computador (ou outro dispositivo) pode receber e tratá-la adequadamente.

Fn + Entra	Ejeção de papel da impressora
------------	-------------------------------

## Configurando o equipamento

A única opção de configuração para o usuário é relativo à porta serial. Tecle “**Fn**” + “**Cal**”. O display irá exibir “CONFIGURAÇÃO Saída Serial”. Tecle “**Entra**”. Utilize as teclas de rolagem para selecionar:

Comando	A transmissão para a porta serial será através de comando da tecla “ <b>Entra</b> ”
Contínua	A transmissão para a porta serial será contínua

## Apagando os dados gravados

Para resetar os dados do usuário, desligue o equipamento e ligue-o novamente com a tecla “**Limpar**” pressionada. Quando surgir a mensagem “Resetar [S/N]?” confirme com a tecla “**SIM**”.

**Atenção:** *Este procedimento irá destruir todos os dados do usuário gravados anteriormente, inclusive os dados referentes às curvas de calibração e métodos específicos.*

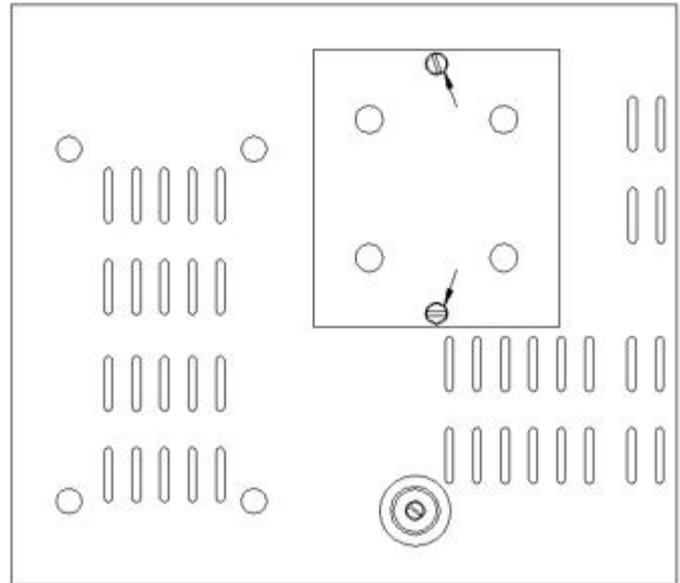
## Manutenção

### Substituição da lâmpada de Tungstênio/Halogênio

A vida média da lâmpada é de 2.000 horas.

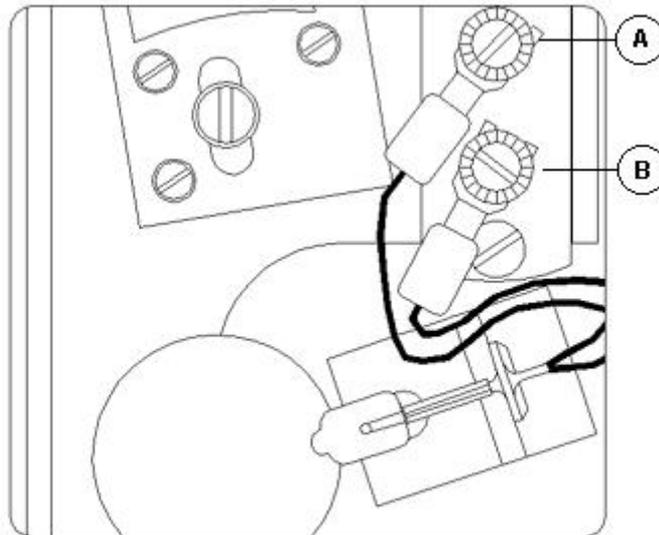
Sendo necessária a troca da lâmpada, seguir os seguintes passos:

1. Desconecte o equipamento da rede elétrica removendo o plugue da tomada.
2. Remova a tampa do compartimento da lâmpada, localizada na parte inferior do equipamento, soltando os dois parafusos (observe a fig. 03).
3. Com o auxílio da chave de fenda solte os fios da lâmpada a ser substituída dos terminais 'A' e 'B' (observe a fig. 04).



**Fig. 03 - Compartimento da lâmpada**

4. Retire a lâmpada puxando pela placa de montagem da mesma.



**Fig. 04 - Troca da lâmpada**

5. Instale a nova lâmpada encaixando firmemente a placa de montagem no suporte. A lâmpada já vem calibrada de fábrica não sendo preciso nenhum ajuste na montagem.
6. Conecte os fios da lâmpada nos terminais 'A' e 'B' observando que os mesmos não interfiram feixe de luz nem fiquem muito próximas ao bulbo da lâmpada.
7. Feche a tampa do compartimento da lâmpada com os parafusos e finalize a troca da lâmpada.

*Nota: Não manuseie a lâmpada de Tungstênio/Halogênio pelo bulbo para evitar danos à mesma.*

## Limpeza externa do equipamento

Gabinete branco: Utilizar somente flanela ligeiramente umedecida com etanol ou cera de polir automóveis.

Tampa do compartimento de amostras: Utilizar somente flanela com cera de polir automóveis.

Membrana do painel frontal. Utilizar flanela ligeiramente umedecida com água.

Compartimento de amostras: Caso ocorra queda de líquidos, secar bem com lenço de papel. Em seguida utilizar lenço de papel ligeiramente umedecido com água. O uso de secadores tipo para cabelo é ideal para eliminar o risco de umidade. Se não tiver secador disponível, deixe o equipamento ligado cerca de duas horas com a tampa do compartimento de amostras aberto.

## Manutenção preventiva

A vida de um equipamento depende muito do cuidado com o uso e principalmente do ambiente em que se encontra. Instalações com ar condicionado não garantem a qualidade de ar. É fundamental a renovação de ar limpo.

Laboratórios sem a ventilação adequada e com a presença de gases corrosivos são a principal causa de danos na parte ótica e terminais das placas.

A segunda causa de danos causados aos equipamentos é o uso sem o devido cuidado. O compartimento de amostras não é pia! Operar o equipamento com as mãos limpas e secas, aumenta bastante a vida útil do equipamento. Limpar e secar bem as cubetas antes de colocá-las no compartimento de amostras são necessárias para a qualidade dos resultados e evitam manutenções desnecessárias.

Recomendamos enviar anualmente ao fabricante o equipamento para revisão e ou Certificação.

## Testes de funcionamento

Procedimentos de testes básicos de funcionamento geral do espectrofotômetro.

Após o tempo de aquecimento do equipamento de 15 minutos , diariamente ou toda vez que o equipamento apresentar comportamento anômalo ou resultado duvidoso.

### Estabilidade

Teste para determinação da estabilidade das leituras em função do tempo.

O compartimento de amostras deve estar sem cubetas.

1. Selecionar o comprimento de onda 400nm e a lâmpada de Tungstênio/Halogênio.
2. Selecionar o modo de Absorbância.
3. Ajustar .000 Abs.
4. Aguardar 30 segundos e anotar o valor indicado. Repetir mais duas vezes o passo 4.

Varição máxima:  $\pm 0.003$  Abs.

### Reprodutibilidade

Teste para determinação da reprodução das leituras.

1. Selecionar o comprimento de onda 400nm e a lâmpada de Tungstênio/Halogênio.
2. Selecionar o modo de Absorbância.
3. Introduzir uma cubeta com água destilada ou deionizada no compartimento de amostra.
4. Ajustar .000 Abs.
5. Retirar a cubeta do compartimento de amostra e introduzir novamente.
6. Anotar o valor.
7. Repetir 3 a 5 vezes os passos 5 e 6.

Varição máxima:  $\pm 0.000$  Abs.

### Linearidade

Teste para determinação da linearidade das leituras .

Recomendamos utilizar os reagentes e padrões para a determinação de um dos elementos analisados no dia a dia. Verificar se a regressão linear simples está dentro da tolerância do método analítico.

## Comprimento de onda

Teste para determinação da precisão do comprimento de onda do espectrofotômetro .

O teste para avaliar o comprimento de onda deve ser obtido pelo uso de lâmpadas espectrais. São largamente utilizados pelos fabricantes com a vantagem de ser padrões primários e os testes serem conduzidos de maneira precisa.

Entretanto, não é comum ser encontrada lâmpadas espectrais nos laboratórios químicos ou clínicos para essa finalidade.

Com o intuito de oferecer um método alternativo de teste de comprimento de onda, muitos procedimentos inadequados se encontram em uso. Tais testes sugerem o uso desde filtros até soluções preparadas no laboratório.

É necessária atenção se os filtros a serem utilizados são adequados à largura de banda do equipamento a ser testado. As dificuldades com soluções aquosas exigem cuidados maiores ainda tanto na execução quanto na interpretação dos resultados. Em geral os métodos utilizando filtros ou soluções são mais aplicáveis aos espectrofotômetros com largura de banda menores que 2 nm.

Por outro lado, as análises colorimétricas no visível em geral não exigem largura de banda menor que 10 nm.

## Luz espúria

Teste para determinação da presença de comprimentos de onda não desejados.

Solução de 10 g/l de  $\text{NaNO}_2$ . Utilizar cubeta de 10 mm de percurso em 340 nm.

## **Problemas e soluções**

### **Não zera a absorbância (ou não atinge 100.0 %T)**

- preparar novamente o branco.
- lâmpada queimada.
- parte ótica precisando de limpeza ou troca de componentes.

### **Equipamento oscilando**

- retirar a cubeta do compartimento de amostras e verificar o comportamento contra o ar.
- umidade ou presença de líquidos no compartimento de amostras.
- rede elétrica ou ausência de fio terra.
- lâmpada preste a queimar (~2.000 h de uso).
- equipamento com defeito.

### **Leitura não reprodutiva**

- cubeta suja externamente.
- turbidez da amostra.
- suporte ou carrinho do compartimento de amostras desajustado.
- equipamento com defeito.

### **Falta de linearidade**

- cubeta suja.
- erro na diluição dos padrões ou amostras.
- equipamento com defeito.

### **Falta de sensibilidade**

- erro na seleção do comprimento de onda.
- equipamento com defeito.

Se você tem outras informações ou experiências mande e-mail para [femto@femto.com.br](mailto:femto@femto.com.br) a/c Lidio

## Métodos específicos

Os métodos implantados variam em cada versão do software, portanto os métodos descritos a seguir podem não estar implantado em seu equipamento.

### Método Cor ICUMSA

#### INTRODUÇÃO

São 9 programas para cálculo da Cor de Açúcar com 2 fatores programáveis (F e L) para padronização de resultados entre laboratórios (preparação por método Celite ou Membrana). Fornecendo-se o valor do brix é determinado o valor da Cor ICUMSA.

Os valores permitidos de brix corrigido são de 41,0 a 60,9 com incrementos de 0,1.

$$\text{Cor ICUMSA} = \frac{(\text{leitura Absorvância} * 1000 * F)}{(\text{leitura brix corrigida} * L)}$$

Onde: F = fator de turbidez (Padrão de fábrica = 1)

L = percurso ótico da cubeta em cm (Padrão de fábrica = 4)

Chame a função “**Met**” “Cor de Açúcar” e tecle “**Entra**”.

Através das teclas de rolagem selecione o número do programa. São possíveis até 9 programas e tecle “**Entra**”. O monocromador irá posicionar em 420 nm automaticamente.

Uma vez selecionado o número do programa, verifique (também através das teclas de rolagem) os valores dos fatores F e L seguido da tecla “**Entra**”.

Selecione “Leitura” para entrar em modo de leitura de cor. Informe o brix da amostra e tecle “**Entra**”.

O display irá exibir o brix da amostra, a leitura em Abs. e o valor da cor determinada. Antes deve colocar o ‘branco’ e teclar “**Cal**” em seguida faça a leitura da amostra.

Para uma nova amostra, tecle “**Limpar**” para entrar com o valor de brix correspondente.

Para editar os fatores, trocar de programa ou sair, tecle “**Limpar**”.

#### COMO DETERMINAR O VALOR DE ‘F’ (FATOR DE TURBIDEZ)

Para efetuar essa operação, o valor de ‘F’ deve ser, necessariamente, igual a 1.

O valor da cor padrão (ou uma cor conhecida) dividir pela cor obtida no espectrofotômetro.

Ex.: cor padrão = 98

cor obtida = 102

fator de turbidez =  $98/102 = 0,96078$

## Método FIA – Flow Injection Analysis

### INTRODUÇÃO

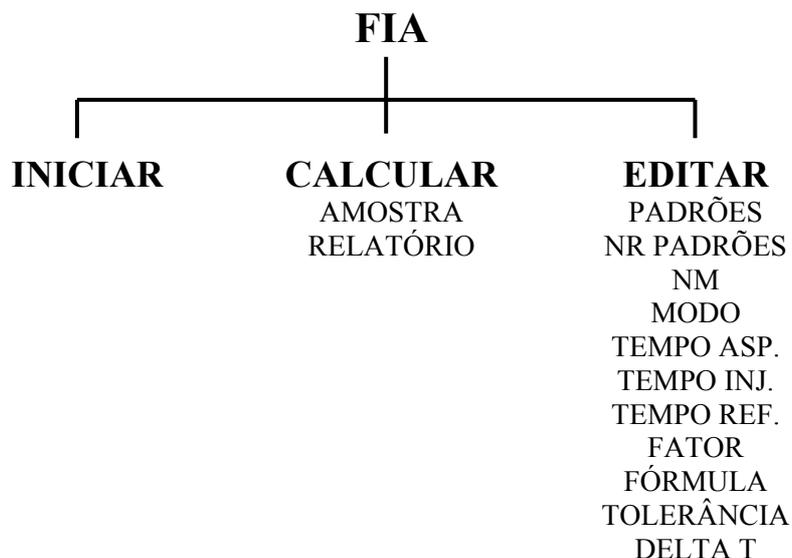
O método FIA incorporado aos espectrofotômetros 600/700 Plus permite executar a determinação quantitativa de concentrações de amostras através de leituras de sinais espectrofotométricos em fluxo. Os acessórios e demais itens necessários para leituras por esse método (bomba peristáltica, válvulas, cubetas de fluxo, etc.) não fazem parte desse sistema e não serão descritos nesse manual.

O método baseia-se na determinação de picos de absorvância ocorridas durante a injeção dos padrões/amostras na cubeta. Os valores dos picos dos padrões são utilizados para a determinação da curva de calibração (regressão linear). Os resultados de amostras são obtidos em função dessa curva de calibração com opção para correção por fatores definidos pelo analista.

O sistema controla uma saída digital para comando de fluxo injeção/aspiração (acionamento de válvulas, bomba peristáltica, sinalizadores, etc.).

Para executar o método FIA, tecle ‘Met’. Selecione, através das teclas de rolagem, a opção “FIA” e tecle “**Entra**”.

O método tem como estrutura o seguinte diagrama funcional:



## EDITAR PARÂMETROS

Antes de iniciar é necessário verificar e editar (se for necessário) os parâmetros definidos para a operação do método. Selecione a opção “EDITAR” e utilize as teclas de navegação. “**Entra**” permitirá a edição do parâmetro.

Se, durante a edição, houver erro de digitação, tecle “**Limpar**” para retornar o valor original. Para sair sem alterar o valor, simplesmente tecle “**Entra**”. Os parâmetros a serem editados são:

**PADRÕES:** Permite inserir/alterar os valores dos padrões. O sistema permite operar com até 8 padrões, numerados de 1 a 8. Selecione-os individualmente e digite o valor da concentração correspondente. A unidade e a escala das concentrações devem ser iguais para todos.

**NR PADRÕES:** Define a quantidade de padrões a serem utilizados na calibração. Selecione entre 2 e 8 padrões.

**NM:** Define o comprimento de onda de leitura do sinal espectrofotométrico. Ao iniciar o processo de leitura, o comprimento de onda se ajustará automaticamente para esse valor.

**MODO:** Permite selecionar entre operação manual e automático. A operação manual dará a liberdade para o analista comandar a injeção e a aspiração pelo teclado. No modo automático, as injeções e as aspirações serão comandadas pelo sistema, através de temporizações pré-definidas (V. TEMPO INJ e TEMPOS ASP).

**TEMPO INJ:** Define o tempo de injeção (modo automático). É uma escala de tempo que deverá ser ajustada experimentalmente (0 a 9999).

**TEMPO ASP:** Define o tempo de aspiração (modo automático). É uma escala de tempo que deverá ser ajustada experimentalmente (0 a 9999).

**TEMPO REF:** Define o momento da leitura do sinal de referência (branco) quando este não for necessariamente um pico. É uma escala de tempo que deverá ser ajustada experimentalmente (0 a 9999).

**FATOR:** Fator de correção da fórmula de cálculo (V. FÓRMULA).

**FÓRMULA:** Seleciona a fórmula de cálculo da concentração da amostra (simples ou com correção). A fórmula simples ( $C = a * Abs. + b$ ) irá determinar as concentrações diretamente da regressão. A fórmula com correção ( $C = [a * Abs. + b] * F * m$ ) irá permitir uma correção fixa (Fator F) e uma correção variável em função da amostra (fator m) que será digitado no momento do cálculo.

**TOLERÂNCIA:** Define a tolerância (em Abs.) aceito como variação mínima de sinal para detecção de pico de Abs. Valor a ser ajustado experimentalmente. Normalmente é definido em 0,001.

**DELTA T:** Define a taxa de amostragem para determinação do pico de Abs. Quanto maior for esse valor mais lento será a amostragem. É útil para ajustar a dinâmica do sistema e o processo de detecção do pico. Para sinais “lentos” deve se usar valores altos e vice-versa. A sua determinação é experimental. O valor padrão é 4 e pode ser ajustado entre 1 e 99.

## LEITURA DE SINAL

Para iniciar a leitura selecione a opção “INICIAR”. Aguarde o monocromador posicionar no comprimento de onda configurado.

O sistema irá sempre iniciar injetando o fluxo. O display irá exibir o número do último pico de Abs., o valor desse último pico de Abs. e a leitura atual em Abs.

O analista terá como opção os seguintes comandos:

Em modo manual:

Seta acima - Aspirar fluxo  
Seta abaixo - Injetar fluxo  
Ponto - Pausa  
Cal - Zerar Abs.  
Limpar - Cancelar / Encerrar

Em modo automático:

Ponto - Pausa  
Cal - Zerar Abs.  
Limpar - Cancelar / Encerrar

Para a detecção do pico de Abs., é necessário que o fluxo esteja sendo injetado, ou seja, durante a aspiração não ocorre a detecção de pico, uma vez que não há fluxo na cubeta.

Antes de iniciar a leitura, injete o carregador e zere a leitura em Abs. (Cal).

A capacidade do sistema está limitada para 40 amostras mais 8 padrões.

Seqüência das leituras:

A- O primeiro pico de Abs. a ser injetado deverá ser o de referência (branco). Caso o branco seja o próprio carregador (não houver um sinal de pico) aguarde o tempo de referência (TEMPO REF) esgotar para que ocorra a leitura automaticamente. O sinal do branco será identificado no display como pico 0.

B- Em seguida, deverá ser aspirado e injetado os padrões na seqüência e quantidade definida (PADRÃO 1, PADRÃO 2, PADRÃO 3, ...). Os picos de Abs. serão identificados na seqüência da contagem anterior (1, 2, 3,...).

C- Após, deverão ser aspiradas e injetadas as amostras (Amostra 1, Amostra 2, Amostra 3, ...). Os picos de Abs. serão identificados na seqüência da contagem anterior.

D- Em seguida deverão ser aspirados e injetados novamente os padrões na mesma seqüência.

E- Encerre as leituras teclando “**Limpar**”.

A seqüência dos picos de Abs. assim determinados deverá ser:

0	Referência (branco)
1	Padrão 1
2	Padrão 2
3	Padrão 3
.....	.....
N	Padrão N
N+1	Amostra 1
N+2	Amostra 2
.....	.....
N+n	Amostra n
N+n+1	Padrão 1
N+n+2	Padrão 2
N+n+3	Padrão 3
.....	.....
N+n+N	Padrão N

### **CALIBRAÇÃO COM PADRÕES**

Ao encerrar a leitura, o sistema irá determinar a melhor curva de calibração através de uma regressão linear com os dados dos padrões (concentração \* picos de Abs.).

Serão exibidos os fatores A (coeficiente angular) e B (coeficiente linear). Para verificar o grau de correlação, o analista deverá aceitar a calibração conforme o valor da correlação R2 que será exibida logo em seguida. Tecla “**Sim**” para aceitar a calibração ou “**Não**” para cancelar as leituras.

### **CÁLCULO DAS CONCENTRAÇÕES DAS AMOSTRAS**

Selecione “CÁLCULO” e em seguida selecione “AMOSTRA”.

Os resultados das determinações serão exibidos individualmente para cada amostra, identificados na seqüência (amostra 1, amostra 2, amostra 3, ...). Para selecionar a amostra utilize as teclas de navegação.

Caso a fórmula em uso permitir correção de fator, será exibido também o fator de correção m (V. FORMULA). Para alterar o valor de m para esta amostra, tecla “Cal” e digite o novo valor. O resultado será corrigido automaticamente.

Nota: Neste caso, todos os fatores de correção de todas as amostras deverão ser inseridos individualmente antes da emissão do relatório.

## RELATÓRIO

Para imprimir um relatório de uma determinada análise, selecione “CÁLCULO” e em seguida selecione “RELATORIO”.

Será impresso um relatório contendo os dados de calibração e das amostras, conforme o exemplo abaixo:

```
-----  
FIA - Resultados  
-----  
  
Abs.    Padrão  
0.039  0.500  
0.050  1.000  
0.055  2.000  
0.060  4.000  
0.050  0.500  
0.055  1.000  
0.060  2.000  
0.064  4.000  
  
Ref = 0.045  
Fat A = 145.62  
Fat B = 0.672  
Correl= 0.666  
  
-----  
  
# Abs.    Conc  Obs  
1 0.064  1.720 M = 0.500  
2 0.056  2.275 M = 1  
3 0.060  2.712 M = 1  
4 0.056  2.275 M = 1  
5 0.055  1.984 M = 1  
-----
```

## Método cinético

### INTRODUÇÃO

São programas que determinam variação da absorvância ao longo do tempo, para um determinado comprimento de onda.

O método cinético calcula a taxa dessa variação e converte para valores de Atividade Cinética. Toda a seqüência operacional é automática, bastando o operador informar o intervalo de leitura da amostra e o fator. O sistema está programado para desconsiderar as duas leituras (do total de seis) mais afastadas da média.

Com temperaturas programáveis (25°C, 30°C, 32°C e 37°C) utilizando sistema Peltier. Para selecionar a temperatura desejada, basta teclar ‘.’ e utilizar a barra de rolagem observando no display a temperatura desejada e teclar ‘**Entra**’. Sempre que se alterar a temperatura, o indicador irá mostrar ( \_\_ °C ) até que estabeleça a temperatura selecionada .

Programar o tempo de aspiração da bomba peristáltica ; Teclar ‘**Fn**’ + ‘**Sim**’ observando no indicador (Tempo = 1) o operador deverá digitar o tempo “números inteiros” em segundos pré determinado durante o ensaios + Teclar ‘**Entra**’.

***Nota: estas duas operações devem ser feitas antes de entrar no Método Cinético.***

Para executar o Método Cinético, tecle ‘**Met**’. Selecione, através das teclas de rolagem, a opção “METODO CINETICO” e tecle “**Entra**”.

Observe no indicador (intervalo 15seg) utilize a barra de rolagem para alterar esse intervalo “tempo de leitura” para (15seg , 30seg e 60seg ) e teclar ‘**Entra**’.

Observe no indicador (Fator = 1,0) o operador deverá digitar o fator, até 6 dígitos incluindo ponto decimal e teclar ‘**Entra**’.

Observe no indicador (Entrar p/ Iniciar) teclar ‘**Go to**’ o operador deverá digitar o comprimento de onda (ex. 410 nm) Teclar ‘**Entra**’ observe no indicador (Entrar p/ Iniciar) uma vez feito isto o equipamento está pronto para operar.

## EXECUTANDO UMA LEITURA

Colocar o BRANCO e teclar '**Sim**' para aspirar  
Teclar '**Cal**' para calibrar observe no indicador 0,000 Abs.  
Colocar a AMOSTRA e teclar '**Sim**' para aspirar  
Teclar '**Entra**' para iniciar o cálculo de atividade, observe no indicador Amostra 1

O sistema fará 6 leituras em seqüência, intervaladas pelo período escolhido anteriormente. Após 6 leituras (5 diferenças), serão descartadas as duas leituras cujas diferenças estejam mais afastadas da média destas diferenças. Ou seja, o cálculo da atividade será feito com média de 3 diferenças.

Atividade = fator \* [média de 3 diferenças]

Teclar '**Entra**' observe no indicador (Entrar p/ Iniciar)  
Teclar '**Fn**' + '**Entra**' para imprimir resultado

## EXECUTANDO OUTRAS LEITURAS

Teclar '**Entra**' observe no indicador (Entrar p/ Iniciar)  
Colocar o BRANCO e teclar '**Sim**' para aspirar  
Teclar '**Cal**' para calibrar observe no indicador 0,000 Abs.  
Colocar a AMOSTRA e teclar '**Sim**' para aspirar  
Teclar '**Entra**' para iniciar novo cálculo de atividade, observe no indicador Amostra 2, 3,  
...

Teclar '**Entra**' observe no indicador (Entrar p/ Iniciar)  
Teclar '**Fn**' + '**Entra**' para imprimir resultado

## CANCELANDO O MÉTODO CINÉTICO

Teclar '**Limpar**' observe no indicador (Entrar p/ Iniciar)  
Teclar '**Limpar**' observe no indicador (intervalo 15seg)  
Teclar '**Limpar**' para sair do Método Cinético

*Nota: Os valores impressos são simultaneamente enviados ao canal Serial (RS232C), observe se a impressora está conectada na porta paralela para o caso de se desejar a impressão em papel.*

## Método termostatizável

São programas que possibilitam ajustes de temperaturas programáveis (25°C, 30°C, 32°C e 37°C) utilizando sistema Peltier.

Para selecionar a temperatura desejada, basta teclar '.' e utilizar a barra de rolagem observando no display a temperatura desejada e teclar '**Entra**'. Sempre que se alterar a temperatura, o indicador irá mostrar ( \_\_ °C ) até que estabeleça a temperatura selecionada.

*Nota: Recomendamos aguardar 1 minuto após a colocação da cubeta no respectivo suporte para estabilização da temperatura da amostra.*

## Especificações técnicas

Faixa espectral:	.....325 a 1100 nm.
Largura de banda:	.....8 nm.
Compartimento de amostra:	.....percurso ótico de 0,1 a 100 mm. carrinho para 3 posições. suporte para 3 cubetas quadradas de 10 mm.
Comunicação:	.....serial RS232C (opcional RS485). paralela Centronics.
Alimentação:	.....comutação automática de voltagem, com fonte chaveada – 117 a 220 V( $\pm$ 10%).
Monocromador:	.....com rede de difração 1200 linhas/mm
Filtros de 2ª ordem:	.....05 filtros com troca automática.
Comprimento de onda:	.....contador digital resolução 1nm reprodutibilidade 0,5 nm exatidão $\leq$ 2nm
Faixa fotométrica:	.....Transmitância: 0 a 200,0% Absorbância: -0,1 a 2,5 Concentração: 0 a 1999
Exatidão fotométrica:	.....0.003 Abs. de 0.000 a 0.300 Abs.
Ruído fotométrico:	.....0.001 Abs. a 0.000 Abs.
Desvio fotométrico:	.....0.003 Abs./hora.
Luz espúria:	.....0.1 %T a 340 nm (NaNO <sub>2</sub> ).
Consumo:	.....90 VA.
Dimensões:	.....330 mm x 320 mm x 180 mm (L x C x H)
Peso líquido:	.....8,5 kg

Para maiores informações: ver catálogo.

