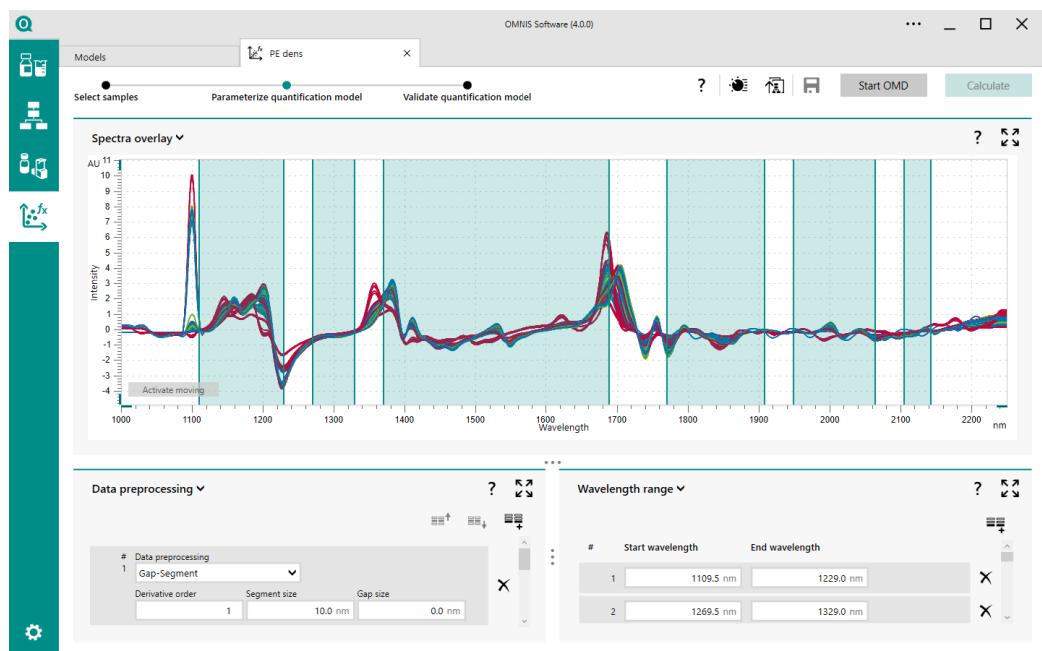


OMNIS NIR (Lab)



Espectroscopia OMNIS passo a passo

Tutorial

8.0600.8202PT / v5 / 2025-05-20



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

OMNIS NIR (Lab)

Versão do OMNIS Software 4.4

Tutorial

8.0600.8202PT / v5 /
2025-05-20

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

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

Esta documentação é um documento original.

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

Aviso de isenção de responsabilidade

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

Índice

1 Visão geral	1
1.1 Introdução	1
1.2 Informações sobre a documentação	1
1.3 Licenças OMNIS	1
1.4 Direitos de usuário	2
1.5 Informações adicionais	2
2 Breve visão geral do OMNIS Software	4
2.1 Estrutura e funções	4
2.1.1 Barras de funções	4
2.1.2 Guias e subáreas	4
2.1.3 Barra de funções Amostras	6
2.1.4 Barra de funções Processos	7
2.1.5 Barra de funções do Equipamento	8
2.1.6 Barra de funções Modelos	9
2.2 Introdução prática	11
2.3 Comandos OMNIS	18
2.3.1 Registro do espectro	19
2.3.2 Previsão	21
2.3.3 Cálculos e estatísticas	25
2.3.4 Calibração do comprimento de onda	26
2.3.5 Testes de desempenho do equipamento	27
2.4 Reservar e liberar os equipamentos	28
2.5 Controle de temperatura (Liquid Sample Presentation) ..	29
3 Preparar o aparelho	31
3.1 Criar um sistema de trabalho	31
3.2 Calibração do comprimento de onda	32
3.2.1 Preparar a calibração do comprimento de onda	33
3.2.2 Iniciar a calibração do comprimento de onda	37
3.3 Testes de desempenho do equipamento	39
3.3.1 Preparar testes de desempenho do equipamento internos ..	40
3.3.2 Realizar os testes de desempenho do equipamento internos ..	44
3.3.3 Testes de desempenho do equipamento externos (opcional) ..	46
4 Preparar o desenvolvimento de modelo	49
4.1 Preparar o registro do espectro	50
4.2 Registrar os espectros	61



5	Modelo de quantificação	67
5.1	Criar modelo de quantificação	67
5.2	Desenvolvimento de modelo automático – OMD	69
5.3	Desenvolvimento de modelo manual	72
5.3.1	Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados	72
5.3.2	Calcular o modelo de quantificação	79
5.3.3	Validar o modelo de quantificação	79
5.3.4	Parametrizar o modelo de quantificação	87
5.4	Publicar o modelo de quantificação	95
5.5	Correção da interceptação do eixo y / slope	96
6	Modelo de identificação	103
6.1	Criar o modelo de identificação	103
6.2	Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados	104
6.3	Calcular o modelo de identificação	111
6.4	Validar o modelo de identificação	112
6.5	Parametrizar o modelo de identificação	115
6.5.1	Seleção de comprimento de onda	117
6.5.2	Pré-tratamento de dados	119
6.6	Publicar o modelo de identificação	120
7	Modelo de qualificação	122
7.1	Criar o modelo de qualificação	122
7.2	Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados	123
7.3	Calcular o modelo de qualificação	130
7.4	Validar o modelo de qualificação	131
7.5	Parametrizar o modelo de qualificação	133
7.5.1	Seleção de comprimento de onda	134
7.5.2	Pré-tratamento de dados	136
7.6	Publicar o modelo de qualificação	137
8	Hierarquia de modelos	139
8.1	Criar a hierarquia de modelos	140
8.2	Validar a hierarquia de modelos	145
8.3	Publicar hierarquia de modelos	146
9	Previsão	148
9.1	Preparar a previsão	148
9.2	Iniciar a previsão	156



9.3	Diversos parâmetros de interesse (quantificação)	161
10	Intervalos de teste e intervalos de manutenção	163
10.1	Testes de desempenho do equipamento	163
10.2	Calibração do comprimento de onda	164
10.3	Manutenção do equipamento	164
11	Anexo	166
11.1	Relatórios	166
11.2	Manuseio de tabelas	166
11.3	Manuseio de diagramas	167
11.4	Variáveis de comando PREDICT	171
11.4.1	Hierarquia de modelos – índice para modelos de quantificação	176
11.5	Exportar e importar modelos	178
11.6	Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)	179
11.7	Fluxo de trabalho para OMNIS NIR Analyzer	183

1 Visão geral

1.1 Introdução

Este tutorial descreve a operação dos dispositivos da família de produtos **OMNIS NIR Analyzer**, com base na Versão do OMNIS Software 4.4.

O tutorial fornece uma breve visão geral do OMNIS Software e descreve as definições do equipamento, o desenvolvimento de modelo e a previsão.

1.2 Informações sobre a documentação

Possíveis apresentações na documentação:

(1)	Referência ao número da posição na figura
1	Etapa de instrução
Método	Parâmetros, pontos do menu, guias e diálogos
Proces- sos ► Proce- dimentos operacionais	Caminho do menu
[Próximo]	Botão ou tecla
	Informações complementares sobre o texto de descrição

1.3 Licenças OMNIS

OMNIS é uma plataforma modular. As funções do equipamento e os módulos de software podem ser combinados livremente:

- As funções do equipamento estão disponíveis como pacotes de licença (veja *Metrohm Knowledge Base*).
Para este tutorial, é necessário ter a seguinte licença de funcionamento:
 - Licença de funcionamento Lab NIR Spectroscopy

- Os módulos de software podem ser licenciados e ativados individualmente (veja [Metrohm Knowledge Base](#)).
As seguintes licenças de software são necessárias para este tutorial (exemplo para o OMNIS Stand-Alone):
 - Licenças de software OMNIS Stand-Alone
 - Para o desenvolvimento de modelos de quantificação: licença de software Quant Development
 - Para o desenvolvimento de modelos de identificação e modelos de qualificação: licença de software Ident Development

 Informações adicionais sobre licenças podem ser obtidas na [Metrohm Knowledge Base](#) ou com o representante da Metrohm local.

1.4 Direitos de usuário

Se a administração de usuário estiver ativada, um administrador pode criar outros usuários e atribuir direitos de usuário. As funções de usuário reúnem uma série de direitos individuais, facilitando a administração de direitos (consultar a [Metrohm Knowledge Base](#)).

Se a administração de usuário estiver ativada, será necessária a função de usuário **Desenvolvedor de métodos** ou **Diretores do laboratório** para concluir este tutorial.

Alternativamente, o OMNIS Software pode ser utilizado sem administração de usuário ativada.

1.5 Informações adicionais

A ajuda OMNIS pode ser acessada pelo OMNIS Software ou por meio de um navegador da web.

Acessar a ajuda do OMNIS Software

- **Definir o acesso on-line ou off-line**
 - Acesso on-line (é necessário acesso à internet): ativar na barra de título sob ••• a opção **Metrohm Knowledge Base**.
 - Acesso off-line: desativar na barra de título sob ••• a opção **Metrohm Knowledge Base**.
- **Abrir a página inicial da ajuda**
 - Na barra de título, sob •••, clicar no botão **Ajuda**.
 - Ou pressionar a tecla **[F1]**.
- **Abrir a ajuda dependente do contexto**
 - Na área ou janela relevante, clicar em **?**.
Aviso: ao acessar off-line, a página inicial sempre aparece.

Acessar a ajuda através de um navegador da web

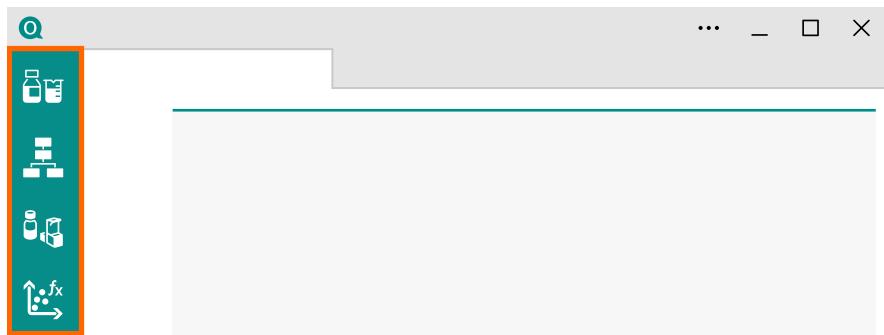
- Ir ao website <https://guide.metrohm.com>.
- Clicar no **OMNIS Software**.
- Selecionar a versão desejada do OMNIS Software no filtro **Versão**.
- Para a versão mais recente do OMNIS Software e para versões de suporte de longo prazo, a ajuda também está disponível em PDF: utilizar filtro **Informações ▶ Publicação ▶ Manual**.

2 Breve visão geral do OMNIS Software

2.1 Estrutura e funções

2.1.1 Barras de funções

O OMNIS Software divide a interface de usuário em barras de funções. Cada um dos ícones no lado esquerdo da tela abre uma determinada barra de funções.



Barras de funções



Na barra de funções **Amostras**, é possível organizar amostras e analisar subamostras.



Na barra de funções **Processos**, é possível definir procedimentos operacionais e métodos para a análise de amostras.



Na barra de funções **Equipamento**, são gerenciados equipamentos e acessórios.



Na barra de funções **Modelos**, podem ser desenvolvidos modelos espectroscópicos. Um modelo possibilita a previsão de propriedades da amostra.

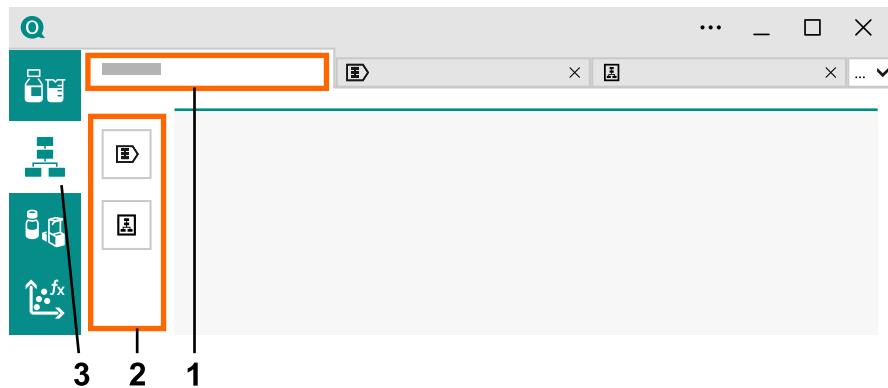
Além disso, há a barra de funções **Ajustes**.

De acordo com o sistema, também há disponíveis as barras de funções **Administração de usuário** e **Audit Trail**.

2.1.2 Guias e subáreas

Uma barra de funções contém uma ou mais **Guias**. Cada guia cumpre um determinado propósito. Na barra de funções Processos, uma guia pode possibilitar, por exemplo, a edição de um procedimento operacional.

Cada barra de funções tem suas próprias guias. A guia mais à esquerda (1) serve para organizar a barra de funções selecionada. A partir dela, podem ser abertas outras guias para a execução de determinadas tarefas.



As barras de funções ainda são divididas em **Subáreas**. A guia mais à esquerda (**1**) exibe a subárea (**2**) da barra de funções selecionada (**3**).

Subáreas relevantes

A seguinte *figura 1* mostra uma representação esquematizada. A barra de funções Amostras contém uma lista de amostras. A lista de amostras contém amostras e subamostras. A cada subamostra, está atribuído um procedimento operacional.

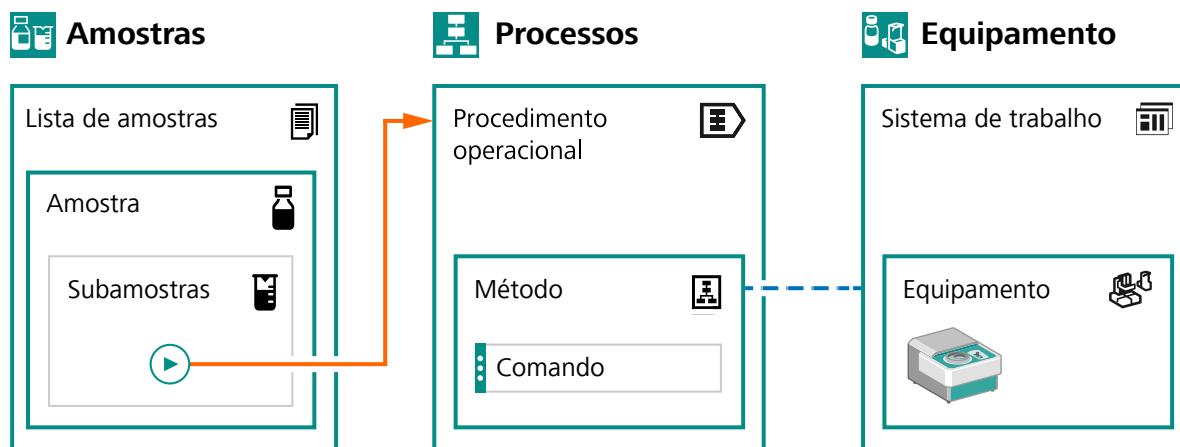


Figura 1 3 barras de funções com subáreas relevantes



Uma subamostra acessa um procedimento operacional.



Um sistema de trabalho está atribuído ao método.

Se uma subamostra for analisada, o OMNIS Software inicia o procedimento operacional atribuído e executa os métodos e comandos contidos nele.

Um sistema de trabalho está atribuído ao método. Assim, os comandos podem acessar o sistema de trabalho e os dispositivos contidos nele.

2.1.3 Barra de funções Amostras

Uma **Amostra** é a substância a ser analisada. Uma amostra é dividida em uma ou mais subamostras.

Para uma **Subamostra**, está atribuído um procedimento operacional. Em uma análise da subamostra, o procedimento operacional atribuído é executado.

Uma **Lista de amostras** organiza as amostras e subamostras. Uma amostra ou subamostra pode estar contida em uma ou mais listas de amostras.

Um **Perfil da amostra** é um modelo para a criação de amostras.

Amostras – visão geral



Na barra de funções **Amostras**, é possível organizar amostras e analisar subamostras.

A seguinte *figura 2* mostra um exemplo simplificado de uma lista de amostras com uma amostra que, por sua vez, contém uma subamostra.

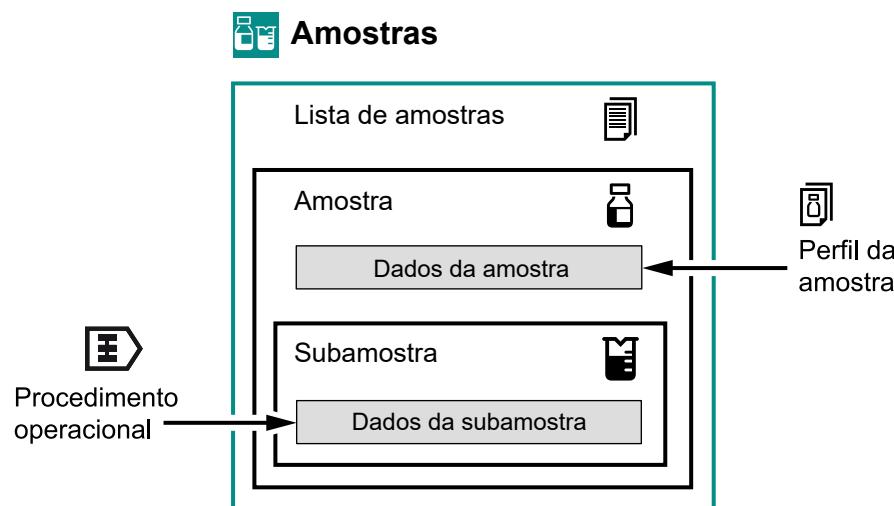


Figura 2 Barra de funções Amostras



Especificação de campos de dados.

Para amostras e subamostras, podem ser criados campos de dados. Por exemplo, dados da amostra para valores de referência ou dados da subamostra para resultados de análise.

A *figura 2* mostra também como podem ser criados campos de dados:

- Com um perfil da amostra, podem ser predefinidos campos para dados da amostra.

- Com um procedimento operacional, podem ser predefinidos campos para dados da subamostra.

Os campos de dados podem ser preenchidos com dados de maneira manual ou automática (p. ex., por meio de um comando).

Amostra – subáreas



A subárea **Listas de amostras** oferece as seguintes funções:

- Criar e gerenciar listas de amostras.
- Em uma lista de amostras:
 - Adicionar novas amostras ou subamostras.
 - Processar subamostras de modo que, para cada subamostra, seja executado o procedimento operacional atribuído a ela.
 O procedimento operacional pode, p. ex., executar uma análise de amostras ou uma calibração do comprimento de onda.



Na subárea **Resultados de busca**, todas as amostras e subamostras no banco de dados podem ser filtradas em resultados de busca de acordo com diferentes critérios.

Os critérios de filtro podem ser salvos como resultado de busca.

As amostras encontradas podem ser salvas como lista de amostras.



Na subárea **Perfis da amostra**, um perfil da amostra determina o seguinte para uma série de amostras semelhantes:

- Estrutura dos dados da amostra, ou seja, quantidade e tipo dos campos para dados da amostra.
- Valores padrão para campos de dados da amostra.
- Um ou mais procedimentos operacionais padrão válidos respectivamente para uma quantidade padrão de subamostras.

2.1.4 Barra de funções Processos

Processos – visão geral



Na barra de funções **Processos**, é possível definir procedimentos operacionais e métodos para a análise de amostras.

A seguinte *figura 3* esclarece os componentes para processos:

- **Procedimentos operacionais**
- **Métodos**
- **Comandos** (p. ex. **MEAS SPEC**)

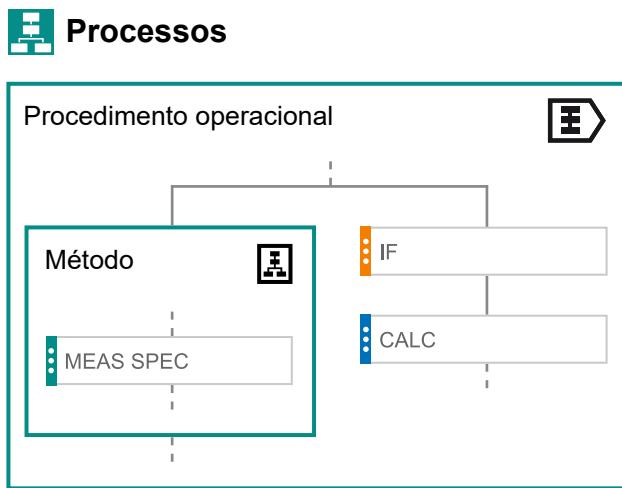


Figura 3 Barra de funções Processos

Processos – subáreas



Na subárea **Procedimentos operacionais**, os procedimentos operacionais podem ser montados a partir de métodos e comandos. Os métodos e comandos podem ser organizados para uma execução sequencial ou simultânea.



Na subárea **Métodos**, os métodos podem ser montados a partir de comandos. Os comandos podem ser organizados para uma execução sequencial ou simultânea.

Um método pode conter comandos para o controle das ações de um sistema de trabalho. Esses comandos serão executados no sistema de trabalho atribuído ao método.

2.1.5 Barra de funções do Equipamento

Equipamento – visão geral



Na barra de funções **Equipamento**, são gerenciados equipamentos e acessórios.

A seguinte *figura 4* mostra como tornar um equipamento acessível:

1. Na subárea **Equipamentos**, todos os equipamentos de rede e dispositivos USB disponíveis são listados em um inventário.
2. Por **Inventário**, um equipamento pode ser reservado. Assim, os dispositivos do equipamento são disponibilizados ao usuário.
3. Na subárea **Sistemas de trabalho**, um sistema de trabalho pode ser montado com todos os dispositivos necessários para a determinação.

Equipamento



Figura 4 Barra de funções do Equipamento

Equipamento – subáreas



Na subárea **Equipamentos**, os equipamentos podem ser reservados e liberados. Se um equipamento estiver reservado, seus dispositivos estarão disponíveis ao usuário.

Após a análise, o equipamento pode ser novamente liberado para que outros usuários possam acessá-lo.



Na subárea **Sistemas de trabalho**, os sistemas de trabalho podem ser montados a partir de um ou mais dispositivos. O mesmo dispositivo pode estar contido em vários sistemas de trabalho.

Para analisar amostras, um método acessa um sistema de trabalho e usa os dispositivos contidos nele. Um sistema de trabalho pode estar atribuído a vários métodos.

Aviso: os dispositivos no sistema de trabalho podem ser trocados de maneira simples, caso necessário. Assim, é possível executar análises em diferentes equipamentos sem ter que alterar os métodos.

2.1.6 Barra de funções Modelos

Um **Modelo** possibilita a análise de uma amostra com base no espectro registrado:

- **Modelo de quantificação:** previsão de um parâmetro de interesse quantitativo (p. ex., teor de água 5,1%)
- **Modelo de identificação:** identificação ou verificação de uma amostra (p. ex. frutose)
- **Modelo de qualificação:** qualificação de uma amostra (p. ex.: a amostra atende às especificações)

Modelos – visão geral



Na barra de funções **Modelos**, podem ser desenvolvidos modelos espectroscópicos.

A barra de funções está dividida em subáreas.

Modelos – subáreas



Na subárea **Modelos de quantificação**, podem ser desenvolvidos modelos de quantificação.

Um modelo de quantificação descreve a dependência de um parâmetro de interesse quantitativo dos espectros registrados das amostras.



Na subárea **Correções da interceptação do eixo y / inclinação**, podem ser criadas correções da interceptação do eixo y / slope. Com isso, é possível corrigir erros sistêmicos na aplicação de um determinado modelo de quantificação. Erros sistêmicos podem ocorrer, p. ex., em alterações nas amostras ou na manipulação de amostras.



Na subárea **Modelos de identificação** podem ser desenvolvidos modelos para identificação ou verificação de amostras.

Um modelo de identificação subdivide as amostras em diversos produtos (por ex. frutose, glucose e lactose) com base nos espectros registrados.



Na subárea **Modelos de qualificação**, podem ser desenvolvidos modelos para qualificação de amostras.

Um modelo de qualificação classifica amostras em positivas (utilizáveis) e negativas (inutilizáveis) com base nos espectros registrados.



Na subárea **Hierarquias de modelos**, podem ser desenvolvidas hierarquias de modelos:

- Se as amostras não puderem ser distinguidas por um único modelo de identificação, uma hierarquia de modelos pode vincular hierarquicamente vários modelos de identificação.
- Se a análise quantitativa for realizada em amostras identificadas, uma hierarquia de modelos poderá vincular modelos de quantificação a produtos.

2.2 Introdução prática

A seguinte introdução oferece uma apresentação geral do OMNIS Software.

Barras de funções

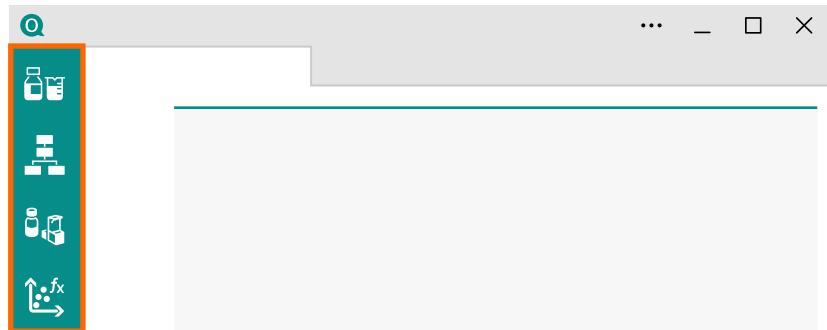
O OMNIS Software divide a interface de usuário em barras de funções. As barras de funções podem ter diferentes subáreas.

Neste tutorial, as subáreas são informadas por meio de um caminho do menu. Exemplo: a subárea **Métodos**, na barra de funções **Processos**, é informada com **Processos ▶ Métodos**.

A seguir, será mostrado como é aberta uma subárea de uma barra de funções como essa.

1 Abrir uma barra de funções

Clicar nos ícones no lado esquerdo da tela para alternar entre as diferentes barras de funções.

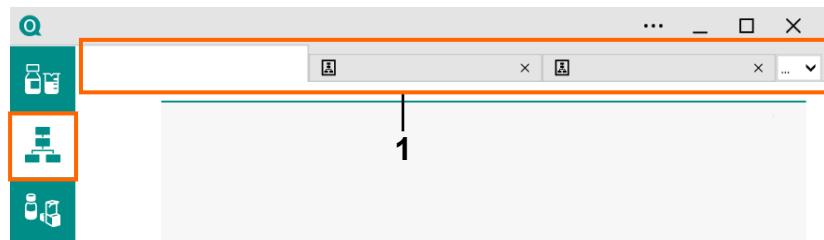


Para o exemplo acima, abrir a barra de funções **Processos** ao clicar no ícone correspondente

Tooltips

Se o cursor for colocado sobre um ícone, aparece uma tooltip com o nome da área de trabalho, uma breve explicação e um link para mais informações. Tooltips para outros elementos da interface de usuário podem ser exibidas da mesma maneira.

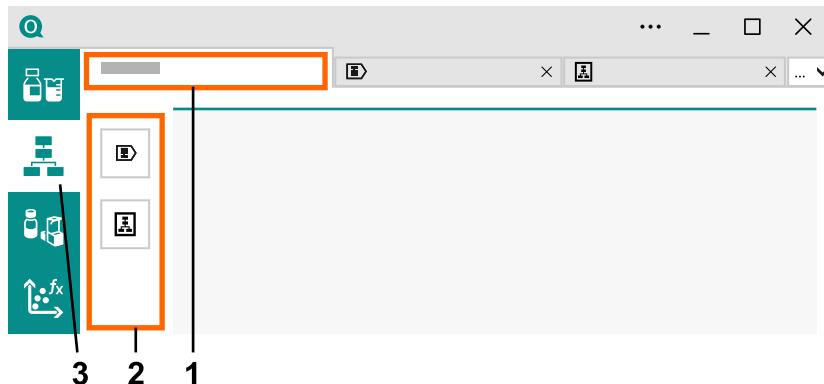
Para exibir tooltips em uma tela sensível ao toque, tocar no item e manter o dedo.



A área de trabalho pode conter uma ou mais guias (1).

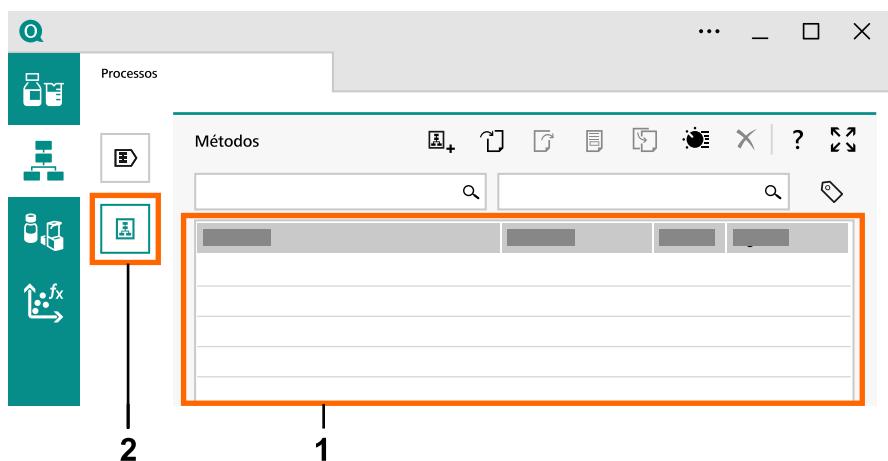
2 Abrir a guia da subárea

Clicar na guia mais à esquerda (1) para exibir a subárea (2) da barra de funções selecionada (3).



3 Abrir uma subárea

Abrir a subárea **Métodos** ao clicar em (2).



A subárea **Métodos** contém uma lista de visão geral com todos os métodos no banco de dados (1).

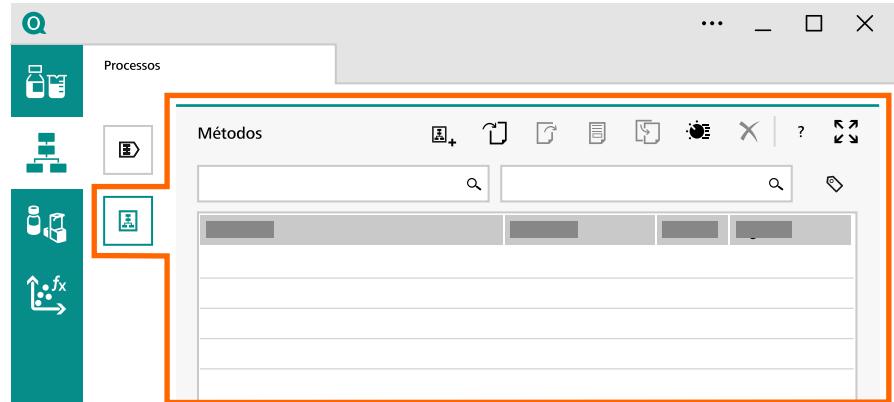
Guias

Como apresentado no passo 3 acima, a subárea de uma barra de funções pode conter uma lista de visão geral. Se uma entrada na lista for aberta ou uma nova entrada for criada, ela será apresentada em uma guia própria.

A seguir há uma descrição de como criar um novo método, por exemplo.

1 Abrir a subárea Métodos

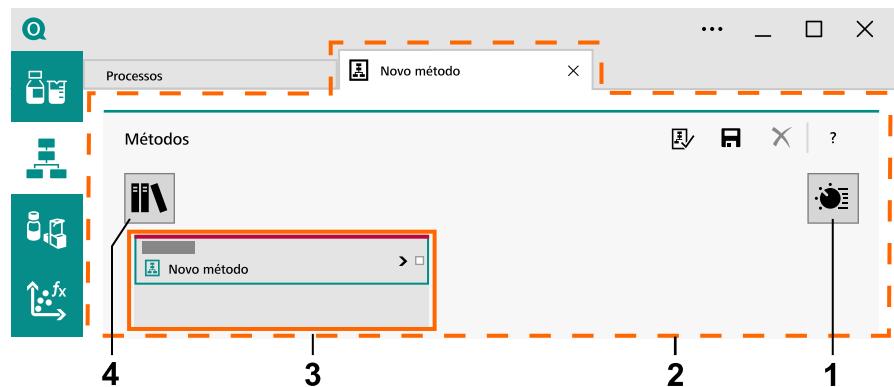
Abrir **Processos** > **Métodos** como descrito acima.



2 Criar o método

- Clicar em  +.

É exibida uma nova guia com o nome *Novo método* (2) e o método pode ser criado nela (3).



Os ícones (1) e (4) dão acesso a outras janelas atualmente ocultadas, como explicado a seguir.

Janela

As janelas fazem parte de uma guia ou de uma área na guia. Algumas janelas são visíveis, outras estão ocultadas e devem ser abertas por meio de um ícone.

1 Janela de biblioteca

Uma biblioteca contém elementos que podem ser inseridos em um processo.

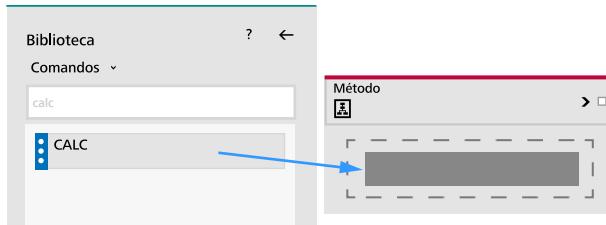
- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
A janela de biblioteca é aberta:



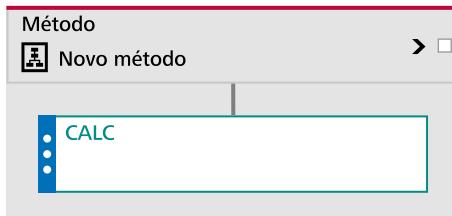
A janela de biblioteca tem diferentes **Subáreas** que podem ser selecionadas a partir da lista de seleção (1), p. ex. **Biblioteca** ► **Comandos**.

O campo de busca (2) permite procurar elementos de uma subárea, p. ex., comandos (3).

- Como exemplo, o comando **CALC** será inserido no método:
 - Em **Biblioteca** ▶ **Comandos**, procurar o comando **CALC**.
 - Inserir o comando **CALC** ao arrastar e soltar no método.



Depois disso, o método irá conter um comando:



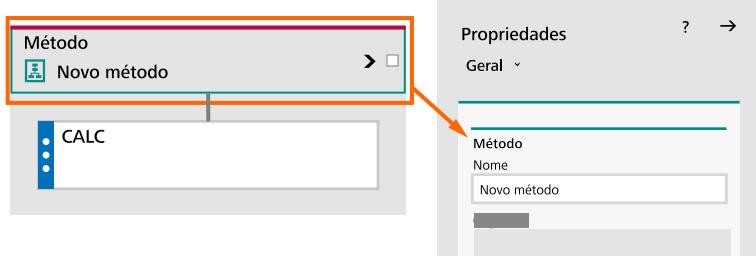
Se necessário, é possível inserir outros comandos. Os comandos que estão dispostos um abaixo do outro são executados sequencialmente. Os comandos que estão dispostos um ao lado do outro são executados paralelamente.

- Para fechar a janela de biblioteca, clicar em **←**.

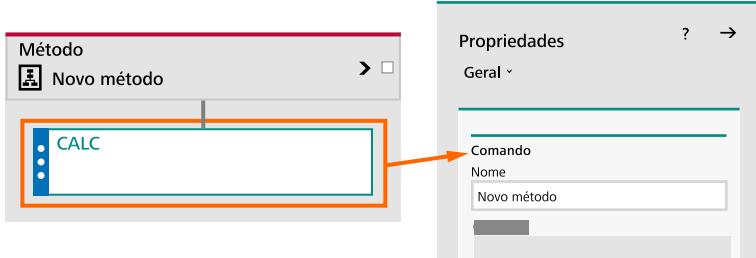
2 Janela de propriedades

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em . O conteúdo da janela de propriedades depende do elemento selecionado:

- Ao clicar em  **Método**, é possível acessar as propriedades do método:



- Ao clicar em  **CALC**, é possível acessar as propriedades do comando:



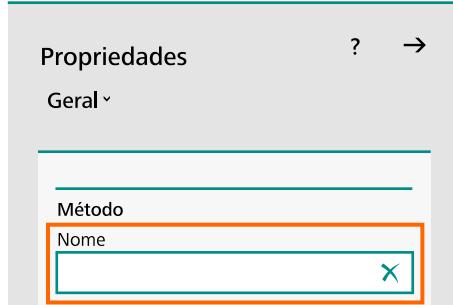
- Ao clicar duas vezes em um dos elementos, é aberta a subárea **Propriedades ▶ Parâmetros**.
- Para fechar a janela de propriedades, clicar em .

Conclusão da introdução

1 Nomear o método

- Clicar em  **Método**.
- Abrir **Propriedades ▶ Geral**.

- Digitar um nome para o método:



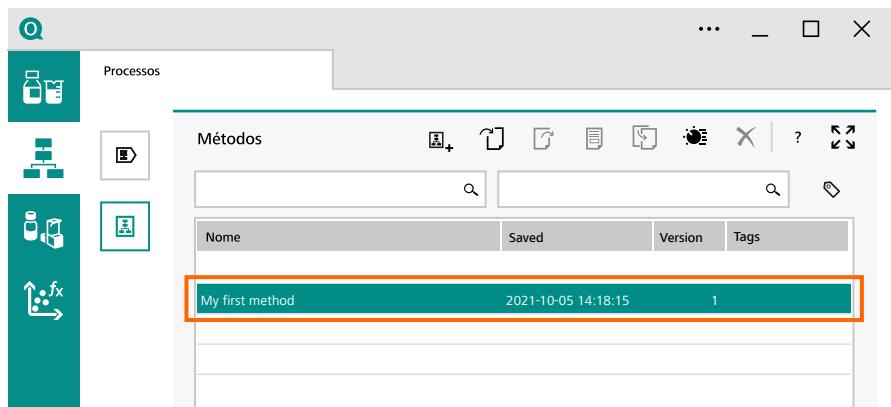
2 Salvar o método

- Salvar o método clicando em ou pressionando as teclas **[CTRL]+[S]**.

3 Abrir a lista de visão geral

- Fechar a guia e voltar para a guia da subárea (a guia mais à esquerda) **Processos** ► **Métodos**.

O método criado será exibido na lista de visão geral:



4 Excluir o método

- Selecionar o método criado.
 - Excluir o método selecionado ao clicar em .
- Aviso: enquanto um método estiver aberto em uma guia, ele não poderá ser excluído.
- Aparece uma mensagem de confirmação.
 - Verificar o nome do método a ser excluído.
 - Confirmar com **Excluir**.

O método será excluído do banco de dados e da lista de visão geral.

2.3 Comandos OMNIS

Comandos executam uma determinada tarefa. Com o comando **MEAS SPEC**, p. ex., um espectro é registrado. O comando **MEAS SPEC** é utilizado em um método e pode acessar o sistema de trabalho atribuído ao método.

Alguns comandos também podem ser inseridos em procedimentos operacionais, p. ex. do comando **IF**.

Os comandos são exibidos em duas linhas. A primeira linha contém o nome do tipo de comando (p. ex., **MEAS SPEC**), a segunda linha contém um nome do comando específico do usuário.

i É possível alterar os nomes do comando padrão (p. ex., Registrar espectro 1) para um nome mais específico. As referências cruzadas ao comando serão automaticamente adaptadas.

A borda esquerda do elemento de comando tem uma cor diferente dependendo do tipo de comando:

- Comandos de medição, comandos de calibração e comandos de titulação



- Comandos de estrutura que controlam o processo do método (p. ex., ramos e loops)



- Comandos de dosagem, comandos de automação e outros comandos



Variáveis de comando

Cada comando tem pelo menos uma variável de comando, que é criada na sequência do processo e pode ser usada em uma fórmula sob a denominação '**Nome da variável**.*Nome do comando*'.

A seguinte variável está disponível para todos os comandos:

'Finished.nome do comando'

Status do comando.

- **Inválido**: o comando (ainda) não foi iniciado.
 - **0**: o comando ainda está em execução.
 - **1**: o comando foi concluído corretamente.
 - **2**: o comando não foi concluído corretamente. Ocorreu um erro ou um alerta.
 - **3**: o comando foi ignorado por um comando **SKIP** ou manualmente nos **Dados online**.
 - **4**: o comando foi parado por uma intervenção manual do usuário (parada ou parada de emergência), por um comando **STOP** ou devido a um erro em um comando que está sendo executado em paralelo.
-

2.3.1 Registro do espectro

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
PREP SPEC Para dispositivos do tipo Liquid Sample Presentation	Prepara a análise de amostras líquidas: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Assegura que o suporte de amostra colocado seja adequado ao recipiente de amostra informado. Caso contrário, a determinação será cancelada. ▪ Assegura que um recipiente de amostra esteja colocado. Caso contrário, é exibida uma solicitação de colocação da amostra. ▪ Possibilita um controle de temperatura no recipiente de amostra ou no suporte de amostra (ver capítulo 2.5, página 29). 	

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
MEAS REF SPEC	<p>Registra um espectro de referência no dispositivo atribuído. O espectro de referência será salvo no equipamento.</p> <p>Há 1 espectro de referência por dispositivo. A cada execução do comando MEAS REF SPEC o espectro de referência anterior será sobreescrito.</p> <p>O espectro de referência salvo será utilizado por todos os comandos MEAS SPEC que forem executados no respectivo dispositivo.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Data na qual o espectro de referência foi registrado. Adicionalmente para dispositivos do tipo Liquid Sample Presentation: TemperatureControlMode.Result Local do controle de temperatura <ul style="list-style-type: none"> Inactive: sem controle de temperatura. Sample holder: a temperatura foi controlada no suporte de amostra. Sample vessel: a temperatura foi controlada no recipiente de amostra. CurrentTemperature.Result Temperatura atual durante a execução do comando. Unidade: °C
MEAS SPEC	<p>Registra um espectro de uma amostra no dispositivo atribuído.</p> <p>Com base no espectro e no espectro de referência salvo no equipamento para o dispositivo correspondente, é calculado o Espectro de absorção da amostra.</p>	<p>Para dispositivos do tipo Liquid Sample Presentation:</p> <ul style="list-style-type: none"> TemperatureControlMode.Result Local do controle de temperatura <ul style="list-style-type: none"> Inactive: sem controle de temperatura. Sample holder: a temperatura foi controlada no suporte de amostra. Sample vessel: a temperatura foi controlada no recipiente de amostra. CurrentTemperature.Result Temperatura atual durante a execução do comando. Unidade: °C

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
VESSEL REMOVAL Para dispositivos do tipo Liquid Sample Presentation	<ul style="list-style-type: none"> Pode garantir a remoção do recipiente de amostra. A sequência do processo é interrompida até o recipiente de amostra ser removido. Isso possibilita uma sequência controlada nas determinações em série. Se a temperatura for controlada no recipiente de amostra, o sensor de temperatura é afastado do recipiente de amostra. Assim que aparecer a solicitação para retirada do recipiente de amostra, o recipiente de amostra poderá ser retirado sem causar danos ao sensor de temperatura. O controle de temperatura pode ser desativado ou continuado no suporte de amostra. 	

2.3.2 Previsão

PREDICT – Quantificação

O comando **PREDICT** aplica um modelo a um espectro de absorção registrado com o comando **MEAS SPEC**.

O modelo de quantificação fornece uma previsão de um parâmetro de interesse quantitativo. Opcionalmente, pode ser utilizada uma correção da interceptação do eixo y / slope.

Variável de comando gerada (seguida por *.nome do comando*)

- Predicted.Quantification.Result**
Resultado previsto para o parâmetro de interesse.
- Uncorrected.Quantification.Result**
Valor previsto para o parâmetro de interesse sem aplicação da correção da interceptação do eixo y / slope.
- Unit.Quantification.Result**
Unidade do parâmetro de interesse.
- IsOutlier.OutlierDetection.Result**
Avaliação que informa se o espectro é um outlier.
0: o espectro **não** é considerado um outlier.
1: o espectro é considerado um outlier.
- HotellingsT2.OutlierDetection.Result**
Hotelling T^2 do espectro.

- **LimitHotellingsT2.OutlierDetection.Result**
Hotelling T^2 Valor limite para marcação como outlier. O valor limite depende do nível de significância definido no modelo.
- **QResiduals.OutlierDetection.Result**
Resíduos Q do espectro.
- **LimitQResiduals.OutlierDetection.Result**
Resíduos Q Valor limite para marcação como outlier. O valor limite depende do nível de significância definido no modelo.
- **NearestNeighborDistance.OutlierDetection.Result**
Nearest Neighbor Distance (NND) do espectro.
- **LimitNearestNeighborDistance.OutlierDetection.Result**
Valor limite NND para marcação como outlier.

PREDICT – Identificação e verificação

O comando **PREDICT** aplica um modelo a um espectro de absorção registrado com o comando **MEAS SPEC**.

Dependendo do uso, um modelo de identificação fornece a identificação de uma amostra desconhecida (p. ex., frutose) ou uma verificação do pertencimento de produto de uma amostra.

Variável de comando gerada (seguida por **.nome do comando**)

- **Product.Identification.Result**
O produto determinado ou o grupo de produtos determinados da amostra identificada.
Se a identificação falhar, não é exibido um resultado.
- **Status.Identification.Result**
 - **Identified**: identificação concluída com sucesso. Um produto ou um grupo de produto pode ser averiguado.
 - **Ambiguous**: a identificação falhou. Os valores de probabilidade de vários produtos ultrapassam o limiar de probabilidade.
 - **Unidentified**: a identificação falhou. Nenhum valor de probabilidade de um produto ultrapassa o limiar de probabilidade.
- **Probability.Identification.Result**
 - **de 0,01 até 100**: a probabilidade em percentual expressa a plausibilidade da amostra corresponder ao produto ou ao grupo de produto.
 - **Inválido**: a identificação falhou.

Se o modelo foi usado para verificação:

- **Status.Verification.Result**
 - **1**: verificação concluída com sucesso.
 - **0**: a verificação falhou.

PREDICT – Qualificação

O comando **PREDICT** aplica um modelo a um espectro de absorção registrado com o comando **MEAS SPEC**.

Um modelo de qualificação qualifica uma amostra como uma amostra positiva (utilizável).

Variável de comando gerada (seguida por *.nome do comando*)

- **Status.Qualification.Result**

- **1**: Qualificação bem-sucedida.
- **0**: Qualificação falhou.

PREDICT – Hierarquia de modelos

O comando **PREDICT** aplica uma hierarquia de modelos a um espectro de absorção registrado com o comando **MEAS SPEC**.

Dependendo do uso, a hierarquia de modelos fornece uma identificação de uma amostra desconhecida (p. ex., frutose), uma verificação do pertencimento de produto de uma amostra ou uma quantificação dos parâmetros de interesse de uma amostra.

Variável de comando gerada (seguida por *.nome do comando*)

- **Hierarquia de modelos (identificação)**

- **Product.Identification.Result**

O produto determinado ou o grupo de produtos determinados da amostra identificada.

Se a identificação falhar, não é exibido um resultado.

- **Status.Identification.Result**

Identified: identificação concluída com sucesso. Um produto ou um grupo de produto pode ser identificado.

Ambiguous: a identificação falhou. Os valores de probabilidade de vários produtos ultrapassam o limiar de probabilidade.

Unidentified: a identificação falhou. Nenhum valor de probabilidade de um produto ultrapassa o limiar de probabilidade.

- **Probability.Identification.Result**

de 0,01 até 100: a probabilidade em percentual expressa a plausibilidade da amostra corresponder ao produto ou ao grupo de produto.

Inválido: a identificação falhou.

- **Hierarquia de modelos (verificação)**

- **Status.Verification.Result**

0: a verificação falhou.

1: verificação concluída com sucesso.

- **Hierarquia de modelos (quantificação)**

Aviso: **x** = índice do modelo de quantificação (ver capítulo 11.4.1, página 176)

Se nenhuma referência a um modelo de quantificação puder ser feita, as seguintes variáveis retornarão o valor *Inválido*.

- **Predicted.Quantification{x}.Result**

Valor final previsto para o parâmetro de interesse.

- **Uncorrected.Quantification{x}.Result**

Valor previsto para o parâmetro de interesse sem aplicação da correção da interceptação do eixo y / slope.

- **Unit.Quantification{x}.Result**

Unidade do parâmetro de interesse.

- **ParameterName.Quantification{x}.Result**

Nome do parâmetro de referência.

- **IsOutlier.OutlierDetection{x}.Result**

Avaliação que informa se o espectro é um outlier.

0: o espectro **não** é considerado um outlier.

1: o espectro é considerado um outlier.

- **AnyOutlier.OutlierDetection.Result**

0: nenhum resultado de quantificação está marcado como outlier.

1: no mínimo um resultado de quantificação está marcado como outlier.

- **HotellingsT2.OutlierDetection{x}.Result**

Hotelling T^2 do espectro.

- **LimitHotellingsT2.OutlierDetection{x}.Result**

Hotelling T^2 Valor limite para marcação como outlier. O valor limite depende do nível de significância definido no modelo.

- **QResiduals.OutlierDetection{x}.Result**

Resíduos Q do espectro.

- **LimitQResiduals.OutlierDetection{x}.Result**

Resíduos Q Valor limite para marcação como outlier. O valor limite depende do nível de significância definido no modelo.

- **NearestNeighborDistance.OutlierDetection{x}.Result**

Nearest Neighbor Distance (NND) do espectro.

- **LimitNearestNeighborDistance.OutlierDetection{x}.Result**

Valor limite NND para marcação como outlier.

2.3.3 Cálculos e estatísticas

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
CALC	Executa cálculos, p. ex., para pós-processamento do resultado previsto. A fórmula pode ser criada usando o editor de fórmulas.	<ul style="list-style-type: none"> 'Nome do resultado' Valor de resultado do cálculo. Aviso: o 'Nome do resultado' pode ser definido ou calculado nos parâmetros do comando. O nome padrão é 'Resultado 1'. 'MeanValue.nome do resultado' Valor médio de todos os resultados previamente determinados com a mesma versão do procedimento operacional e com as mesmas versões dos métodos. 'StandardDeviation.nome do resultado' Desvio padrão absoluto. Para o cálculo, são usados os valores que já foram previamente determinados da subamostra atual e de todas as subamostras com a mesma versão do procedimento operacional e com as mesmas versões dos métodos.
EVAL BASE STATISTICS	Determina valores estatísticos básicos de um espectro. É possível definir os pré-tratamentos de dados e as faixas de comprimento de onda a utilizar.	<ul style="list-style-type: none"> Mean.Result Valor médio dos valores de absorbância. StandardDeviation.Result Desvio padrão dos valores de absorbância. Minimum.Result Valor mínimo dos valores de absorbância. Maximum.Result Valor máximo dos valores de absorbância. First.Result Primeiro valor de absorbância Last.Result Último valor de absorbância Integral.Result Valor integral do espectro.

Além disso, estão disponíveis comandos de estrutura como **IF**, **LOOP**, **SKIP**, **STOP**, **SYNC** ou **WAIT**.

O comando **EXPORT** ou **REPORT** pode ser utilizado para a criação de uma emissão dos dados da determinação.

2.3.4 Calibração do comprimento de onda

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
CAL WL	<p>Executa uma calibração do comprimento de onda do equipamento.</p> <p>A calibração do comprimento de onda normaliza os valores de comprimento de onda, ou seja, o eixo x dos espectros.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Data na qual a calibração do comprimento de onda foi realizada.
VAL WL	<p>Valida a calibração do comprimento de onda.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Data na qual a calibração do comprimento de onda foi validada. OverallStatus.Result 1: a validação foi bem-sucedida. 2: a validação falhou. ExpectedWavelength.Peak{X} Comprimento de onda esperado (em nm) do pico X. MeasuredWavelength.Peak{X} Comprimento de onda medido (em nm) do pico X. ExpectedBandwidth.Peak{X} Largura de banda esperada (em nm) do pico X. MeasuredBandwidth.Peak{X} Largura de banda medida (em nm) do pico X. Index.Peak{X} Número de pico do pico X. Exemplo: 'Index.Peak{2}' informa o Resultado 2. Se não existir um pico para X, as variáveis de comando acima informam o resultado: <i>Inválido</i>

2.3.5 Testes de desempenho do equipamento

Nome do comando	Descrição	Variável de comando gerada (seguida por <i>.nome do comando</i>)
TEST WL	<p>O teste de comprimento de onda controla a exatidão do comprimento de onda e a precisão do comprimento de onda.</p> <p>Interno (obrigatório): o padrão de comprimento de onda interno será usado.</p> <p>Externo (opcional): um padrão de comprimento de onda externo será usado.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Data em que o teste de comprimento de onda foi realizado. OverallStatus.Result 1: o teste foi bem-sucedido. 2: o teste falhou.
TEST NOISE	<p>O teste de ruído verifica o ruído do sinal.</p> <p>Interno (obrigatório): é usado o caminho de referência da apresentação de amostras utilizada.</p> <p>Teste Low-Flux e teste High-Flux (opcional): são utilizados padrões de referência externos.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Data na qual o ruído do sinal foi testado. OverallStatus.Result 1: o teste foi bem-sucedido. 2: o teste falhou.
TEST PHOTOMETRIC LINEARITY	O teste externo opcional verifica a linearidade fotométrica usando padrões de referência externos.	<ul style="list-style-type: none"> Date.Result Momento em que a linearidade fotométrica foi testada. OverallStatus.Result 1: o teste foi bem-sucedido. 2: o teste falhou.

2.4 Reservar e liberar os equipamentos

Cada equipamento específico só pode ser utilizado por um sistema OMNIS.

O equipamento precisa ser reservado antes de poder ser utilizado. Assim que o equipamento estiver reservado, nenhum outro sistema OMNIS poderá acessá-lo.

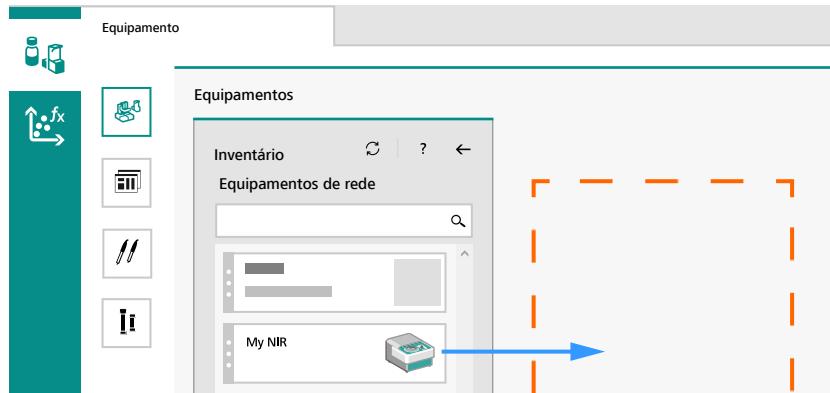
Reservar o equipamento

1 Procurar equipamentos disponíveis

- Abrir **Equipamento** ▶ **Equipamentos**.
- Abrir a janela **Inventário** ao clicar em .
- Procurar o equipamento necessário.
Aviso: equipamentos com ícones em cinza não estão disponíveis.

2 Reservar o equipamento

Puxar o equipamento ao arrastar e soltar na área de trabalho adjacente.



O equipamento estará reservado:



Uma luz de status verde ao lado do equipamento indica que o equipamento está pronto para uso.

- i** Caso necessário, é possível reservar outros equipamentos.
- i** O equipamento também permanece reservado ao finalizar o OMNIS Software.
O equipamento será liberado somente ao finalizar o Windows.
Assim que o computador for ligado novamente, o equipamento voltará a estar reservado. Isso ocorre independentemente de o mesmo usuário ou de outro usuário ter feito o login.

Liberar o equipamento

Para liberar permanentemente um equipamento reservado, proceder da seguinte forma:

1 Abrir a subárea Equipamentos

- Abrir **Equipamento** ▶ **Equipamentos**.

2 Liberar o equipamento

- Selecionar o equipamento a ser liberado.
- Clicar em  para remover o equipamento selecionado.

O equipamento é liberado e está disponível novamente para outros usuários.

2.5 Controle de temperatura (Liquid Sample Presentation)

O Controle de temperatura controla a temperatura opcionalmente no suporte de amostra ou na amostra.

Controle de temperatura no suporte de amostra

- Compatível com suportes de amostra para frascos descartáveis, cubetas e células de fluxo.
- Temperatura alvo no suporte de amostra: entre 25 °C e 80 °C (nunca menor do que 5,0 K abaixo da temperatura ambiente).
- Exatidão dos sensores de temperatura: < 0,5 K

Controle de temperatura na amostra

- Compatível para frascos descartáveis.
- Temperatura alvo da amostra: entre 25 °C e 80 °C (nunca menor do que 5,0 K abaixo da temperatura ambiente).
- Exatidão dos sensores de temperatura: < 0,5 K

- Algoritmo de controle:
 - O algoritmo de controle considera a temperatura alvo definida da amostra e a temperatura medida nos sensores. Assim que a temperatura modelada na amostra for atingida com estabilidade suficiente e não se desviar mais de 0,5 K da temperatura alvo, a medição espectroscópica pode iniciar. Caso necessário, a medição espectroscópica já começa pouco depois da colocação do frasco descartável.
 - Exatidão típica: 1,0 K (testado em amostras de água para temperaturas de amostra de 25 °C a 80 °C a uma temperatura ambiente de 23 °C).

Ligar o controle de temperatura

- Por meio de um comando **PREP SPEC** (parâmetro de comando **Controle de temperatura**).
- No controle manual (somente para controle de temperatura no suporte de amostra):
 - Em **Equipamento ▶ Equipamentos**, abrir **Controle manual** ao clicar duas vezes no equipamento reservado.
 - Na área **Regular a temperatura**, no campo de introdução **Temperatura alvo suporte de amostra**, inserir a temperatura desejada e clicar em .

Desligar o controle de temperatura

- Por meio de um comando **VESSEL REMOVAL** (opção **Desativar**).
- No controle manual:
 - Em **Equipamento ▶ Equipamentos**, abrir **Controle manual** ao clicar duas vezes no equipamento reservado.
 - Na área **Regular a temperatura**, clicar em . O controle de temperatura é encerrado independentemente de a temperatura ser medida no suporte de amostra ou na amostra.
- O controle de temperatura geralmente é encerrado após 2 horas de inatividade ou ao desligar o equipamento.

3 Preparar o aparelho

Antes do equipamento poder registrar espectros, é necessário fazer as seguintes preparações:

- Um **Sistema de trabalho** deve ser configurado.

A seguir, as seguintes tarefas visam assegurar que os espectros sejam comparáveis:

- A **Calibração do comprimento de onda** calibra o eixo x dos espectros.
- Os **Testes de desempenho do equipamento** asseguram que o desempenho do equipamento corresponda aos requisitos. Os testes de desempenho do equipamento devem ser executados regularmente (*ver capítulo 10.1, página 163*).

i Além disso, os valores de absorbância no eixo y dos espectros devem ser padronizados. Para tal, antes de registrar os espectros é usado um comando **MEAS REF SPEC** para cada.

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo (*ver "Preparar o aparelho", página 183*).

3.1 Criar um sistema de trabalho

Pré-requisito:

- O espectrômetro está reservado (*ver "Reservar e liberar os equipamentos", página 28*).

1 Criar um sistema de trabalho

- Em **Equipamento** ▶ **Sistemas de trabalho**, clicar em .

Uma nova guia é aberta.

2 Nomear o sistema de trabalho

- Selecionar a subárea **Novo sistema de trabalho**. A moldura da subárea é exibida em verde.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir um nome adequado no campo **Nome**.

3 Inserir dispositivo

- Abrir a janela **Inventário** ao clicar em .
- Inserir o dispositivo **Liquid Sample Presentation** ou **Solid Sample Presentation** ao arrastar e soltar no sistema de trabalho.

 Equipamentos do tipo **OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid** disponibilizam 2 dispositivos. A Metrohm recomenda a criação de sistemas de trabalho separados com cada um dos dois dispositivos.

 Um dispositivo pode ser novamente removido do sistema de trabalho:

- Selecionar o dispositivo a ser excluído.
- Clicar em  ou pressionar a tecla **[Del]**.

 Se necessário, o nome do dispositivo pode ser alterado:

- Selecionar o dispositivo cujo nome deve ser alterado.
- Em **Propriedades** ▶ **Geral** ▶ **Nome**, inserir um nome adequado.

4 Salvar o sistema de trabalho

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

 Um dispositivo pode ser atribuído a vários sistemas de trabalho.

 Assim que o sistema de trabalho for criado, o equipamento pode ser liberado e novamente reservado, se necessário.

3.2 Calibração do comprimento de onda

A calibração do comprimento de onda visa assegurar que os valores de comprimento de onda do espectro sejam comparáveis. Ela utiliza um padrão de comprimento de onda interno metrologicamente rastreável.

A calibração do comprimento de onda é efetuada em 2 passos:

1. O comando **CAL WL** normaliza os valores de comprimento de onda, ou seja, o eixo x dos espectros.
2. O comando **VAL WL** valida a calibração do comprimento de onda. A validação deve ser executada com sucesso antes de poder registrar espectros com o dispositivo.

i Equipamentos do tipo **OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid** disponibilizam 2 dispositivos. A calibração do comprimento de onda e a validação devem ser executadas separadamente para ambos os dispositivos.

3.2.1 Preparar a calibração do comprimento de onda

i Na primeira utilização do OMNIS Software, ler a introdução ([ver "Introdução prática", página 11](#)) antes de prosseguir.

Seguir as instruções informadas para criar um método com os comandos **CAL WL** e **VAL WL**. A seguir, criar um procedimento operacional, um perfil da amostra e uma lista de amostras. Com isso, a calibração do comprimento de onda pode ser iniciada da mesma forma que uma determinação da amostra.

Criar o método

1 Criar o método

- Em **Processos** ▶ **Métodos**, clicar em  +.

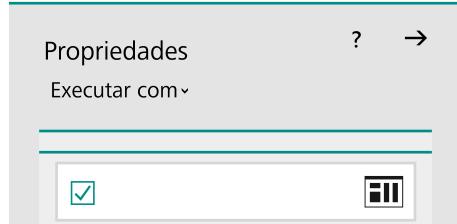
É aberta uma guia com o novo método criado e o título **Novo método**.

2 Nomear o método

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em  .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir no campo **Nome** o seguinte nome: **Wavelength Cal/Val**.

3 Atribuir a sistema de trabalho ao método

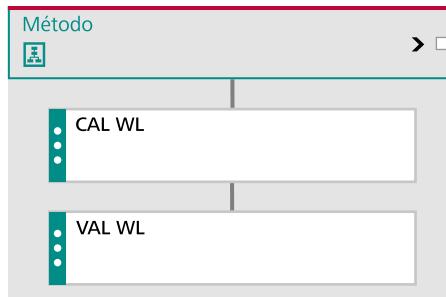
- Em **Propriedades** ▶ **Executar com**, selecionar o sistema de trabalho a ser usado.



i Utilizar o mesmo sistema de trabalho para todos os métodos neste documento.

4 Inserir os comandos

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Em **Biblioteca** ▶ **Comandos**, procurar o comando **.CAL WL**.
- Inserir o comando **CAL WL** ao arrastar e soltar no método.
- Procurar o comando **VAL WL** e colocá-lo abaixo do comando **CAL WL**.



i A ordem dos comandos é importante. Comandos colocados abaixo de outros serão executados em sequência. Primeiro será executado o comando **CAL WL** e, depois, o comando **VAL WL**.

i Os comandos registram automaticamente um espectro de referência. Por isso, o comando **MEAS REF SPEC** não é necessário.

5 Salvar o método

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o procedimento operacional

1 Criar o procedimento operacional

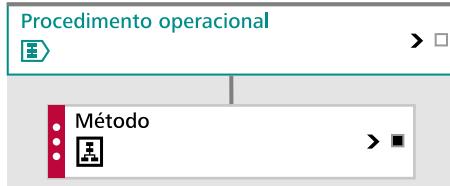
- Abrir **Processos** ▶ **Procedimentos operacionais** ao clicar em  e depois em .
- Criar um novo procedimento operacional ao clicar em .

2 Nomear o procedimento operacional

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir no campo **Nome** o seguinte nome: **Wavelength Cal/Val**

3 Inserir o método

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Inserir o método criado ao arrastar e soltar **Biblioteca** ► **Métodos** no procedimento operacional.



4 Salvar o procedimento operacional

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o perfil da amostra

1 Criar o perfil da amostra

- Em **Amostras** ► **Perfis da amostra**, clicar em .

2 Nomear o perfil da amostra

- Inserir no campo **Nome do perfil da amostra** o seguinte nome:
Wavelength Cal/Val



3 Campo de introdução para o nome da amostra

A área **Dados da amostra** contém um campo para o nome da amostra:

Dados da amostra

Nome do campo, curto
Nome

Nome do campo, longo
Nome

Tipo de campo de introdução
Texto

Utilizar como
Campo de introdução

▲ Propriedades campo de introdução

Valor padrão
My Sample name

- Inserir **Valor padrão** para o nome da amostra.

4 Definir o procedimento operacional e o número de subamostras

- Na área **Procedimentos operacionais / Subamostras**, selecionar o procedimento operacional **Wavelength Cal/Val**.
- A opção **Quantidade de subamostras** define quantas subamostras serão adicionadas automaticamente para cada amostra. Inserir **1**.

Procedimentos operacionais	Quantidade de subamostras
1	1

5 Salvar o perfil da amostra

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar a lista de amostras

1 Criar a lista de amostras

- Em **Amostras** ► **Listas de amostras**, clicar em .

2 Nomear a lista de amostras

- Inserir no campo **Nome** o seguinte nome: **Wavelength Cal/Val**

Confirmar com **[Enter]**.



3 Salvar a lista de amostras

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

As amostras serão adicionadas posteriormente.

3.2.2 Iniciar a calibração do comprimento de onda

Observar os intervalos de execução (ver capítulo 10.2, página 164).

A Metrohm recomenda aguardar 1 hora após ligar o equipamento antes de iniciar uma calibração do comprimento de onda.

Iniciar a calibração do comprimento de onda

Pré-requisito:

A calibração do comprimento de onda está preparada (ver "Preparar a calibração do comprimento de onda", página 33).

1 Reservar o equipamento

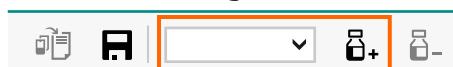
Reservar o espetrômetro (ver "Reservar e liberar os equipamentos", página 28).

2 Abrir a lista de amostras 'Wavelength Cal/Val'

- Abrir a barra de funções **Amostras**.
- Se a lista de amostras **Wavelength Cal/Val** tiver sido fechada, ir até a guia **Amostras**, abrir a subárea **Listas de amostras** e clicar duas vezes na lista de amostras **Wavelength Cal/Val**.

3 Selecionar o perfil da amostra 'Wavelength Cal/Val'

- Na lista de seleção à esquerda do ícone +, selecionar o perfil da amostra **Wavelength Cal/Val**.



A seguir, as amostras adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

4 Adicionar a amostra

- Clicar em  para adicionar uma nova amostra à lista de amostras.

Uma nova entrada aparece na lista de amostras. Ela contém uma amostra identificada com , seguida pela sua subamostra identificada com .

 Nome da amostra	 N.º	Nome da subamostra
 Amostra 1	 1	Subamostra 1

Conforme o perfil da amostra, a nova amostra contém 1 subamostra que utiliza o procedimento operacional **Wavelength Cal/Val**.

- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Salvar a lista de amostras clicando em  ou pressionando as teclas **[CTRL]+[S]**.

5 Executar a calibração do comprimento de onda

- Selecionar a amostra adicionada.
- Iniciar a calibração do comprimento de onda ao clicar em . Após a conclusão da calibração, o status da subamostra é exibido como .

6 Verificar o resultado

- Na área inferior direita, abrir **Resultados ▶ Dados originais**. Os resultados da calibração e da validação serão exibidos. Verificar o status geral da validação:

Status geral
Com êxito

 **Advertência de status:** se a validação falhar, o ícone de subamostras na lista de amostras será marcado em vermelho:



 Informações sobre a última calibração do comprimento de onda realizada e validação do comprimento de onda podem ser visualizadas nas propriedades do equipamento:

- Sob **Equipamento** ► **Equipamentos**, selecionar o equipamento reservado.
- Com um clique em , abrir a janela **Propriedades**.
- **Dados específicos** ► **Dados da calibração e dados de teste**

 A variável de comando **VAL WL OverallStatus.Result** mostra o status geral da validação:

- 1: a validação foi bem-sucedida.
- 2: a validação falhou.

3.3 Testes de desempenho do equipamento

Testes de desempenho do equipamento internos e externos estão disponíveis:

- **Testes de desempenho do equipamento internos (obrigatórios)**

Os testes de desempenho do equipamento internos devem ser executados com sucesso antes de poder registrar espectros com o respectivo dispositivo.

- O teste de comprimento de onda verifica a exatidão do comprimento de onda e a precisão do comprimento de onda com o comando **TEST WL**. O teste de comprimento de onda utiliza um padrão de comprimento de onda interno metrologicamente rastreável.
- Os testes de ruído verificam o ruído fotométrico, o ruído pico a pico e o viés de linha de base do ruído com o comando **TEST NOISE**.

- **Testes de desempenho do equipamento externos (opcional)**

Os testes de desempenho do equipamento externos cumprem a validação de acordo com várias farmacopeias, como USP <856>, Ph.Eur 2.2.40 e JP 2.27. Os seguintes comandos são usados: **TEST WL** (precisão do comprimento de onda e exatidão do comprimento de onda), **TEST NOISE** (ruído fotométrico, ruído pico a pico e viés de linha de base do ruído em baixa e alta intensidade de luz) e **TEST PHOTOMETRIC LINEARITY** (linearidade fotométrica).

Os testes de desempenho do equipamento exigem padrões de referência externos e metrologicamente rastreáveis (*ver capítulo 3.3.3, página 46*).

3.3.1 Preparar testes de desempenho do equipamento internos

Seguir as instruções informadas para criar um método com os comandos **TEST WL** e **TEST NOISE**. A seguir, criar um procedimento operacional, um perfil da amostra e uma lista de amostras. Com isso, os testes de desempenho do equipamento podem ser iniciados da mesma forma que uma determinação da amostra.

Elaborar o método

1 Criar o método

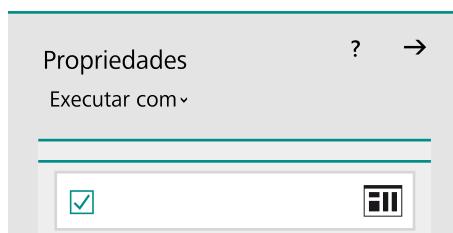
- Em **Processos** ▶ **Métodos**, clicar em  +.

2 Nomear o método

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir no campo **Nome** o seguinte nome: **Teste de desempenho do equipamento**.

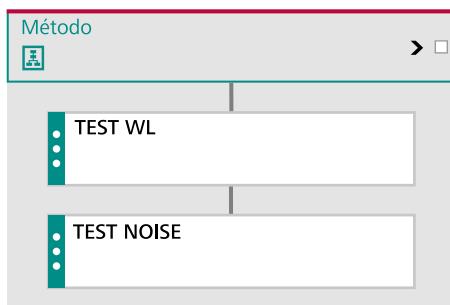
3 Atribuir a sistema de trabalho ao método

- Em **Propriedades** ▶ **Executar com**, selecionar o sistema de trabalho a ser usado.



4 Inserir os comandos

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Em **Biblioteca** ▶ **Comandos**, procurar o comando **TEST WL**.
- Inserir o comando **TEST WL** ao arrastar e soltar no método.
- Procurar o comando **TEST NOISE** e colocá-lo abaixo do comando **TEST WL**.



- i** Os comandos registram automaticamente um espectro de referência. Por isso, o comando **MEAS REF SPEC** não é necessário.
- i** Os testes de desempenho do equipamento usam o respectivo caminho de referência dependendo de cada apresentação de amostras. O teste de comprimento de onda utiliza um padrão de comprimento de onda interno metrologicamente rastreável. Os testes de desempenho do equipamento (opcional) exigem padrões de referência externos (*ver capítulo 3.3.3, página 46*).

5 Salvar o método

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o procedimento operacional

1 Criar o procedimento operacional

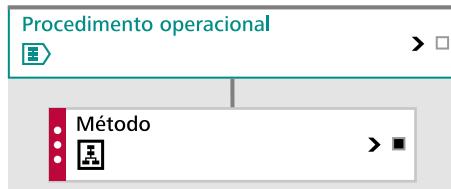
- Em **Processos** ▶ **Procedimentos operacionais**, clicar em .

2 Nomear o procedimento operacional

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir no campo **Nome** o seguinte nome: **Teste de desempenho do equipamento**

3 Inserir o método

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Inserir o método criado ao arrastar e soltar **Biblioteca** ▶ **Métodos** no procedimento operacional.



4 Salvar o procedimento operacional

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o perfil da amostra

1 Criar o perfil da amostra

- Em **Amostras** ► **Perfis da amostra**, clicar em .

2 Nomear o perfil da amostra

- No campo **Nome do perfil da amostra**, inserir o seguinte nome: **Teste de desempenho do equipamento**.

The screenshot shows a dialog box titled 'Perfil da amostra' (Sample Profile). It has a field labeled 'Nome do perfil da amostra' (Profile name) which contains the text 'Teste de desempenho do equipamento'. This field is highlighted with an orange border.

3 Campo de introdução para o nome da amostra

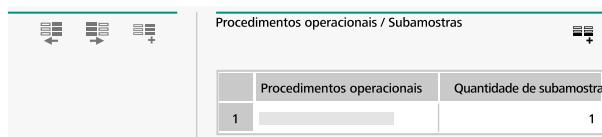
A área **Dados da amostra** contém um campo para o nome da amostra:

The screenshot shows a dialog box titled 'Dados da amostra' (Sample Data). It contains two 'Nome' (Name) fields: 'Nome do campo, curto' (Short field name) and 'Nome do campo, longo' (Long field name). Below these are dropdown menus for 'Tipo de campo de introdução' (Text type) set to 'Texto' (Text) and 'Utilizar como' (Use as) set to 'Campo de introdução' (Input field). At the bottom, there is a section titled 'Propriedades campo de introdução' (Input field properties) with a 'Valor padrão' (Default value) field containing the text 'My Sample name', which is also highlighted with an orange border.

- Inserir **Valor padrão** para o nome da amostra.

4 Definir o procedimento operacional e o número de subamostras

- Na área **Procedimentos operacionais / Subamostras**, selecionar o procedimento operacional criado **Teste de desempenho do equipamento**.
- A opção **Quantidade de subamostras** define quantas subamostras serão adicionadas automaticamente para cada amostra. Inserir **1**.



5 Salvar o perfil da amostra

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar a lista de amostras

1 Criar a lista de amostras

- Em **Amostras** ► **Listas de amostras**, clicar em .

2 Nomear a lista de amostras

- No campo **Nome**, inserir o seguinte nome: **Teste de desempenho do equipamento**.

Lista de amostras

Confirmar com **[Enter]**.

3 Salvar a lista de amostras

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.
- As amostras serão adicionadas posteriormente.

3.3.2 Realizar os testes de desempenho do equipamento internos

- i** Observar os intervalos de execução recomendados (ver capítulo 10.1, página 163).

Realizar o teste de desempenho do equipamento

Pré-requisito:

Os testes de desempenho do equipamento estão preparados (ver "Preparar testes de desempenho do equipamento internos", página 40).

1 Reservar o equipamento

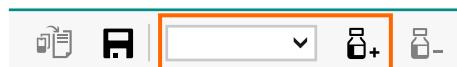
Reservar o espectrômetro (ver "Reservar e liberar os equipamentos", página 28).

2 Abrir a lista de amostras 'Teste de desempenho do equipamento'

- Abrir a barra de funções **Amostras**.
- Se a lista de amostras **Teste de desempenho do equipamento** tiver sido fechada, ir até a guia **Amostras**, abrir a subárea **Listas de amostras** e clicar duas vezes na lista de amostras **Teste de desempenho do equipamento**.

3 Selecionar o perfil da amostra 'Teste de desempenho do equipamento'

- Na lista de seleção à esquerda do ícone , selecionar o perfil da amostra **Teste de desempenho do equipamento**.

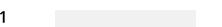
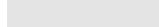


- i** A seguir, as amostras adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

4 Adicionar a amostra

- Clicar em  para adicionar uma nova amostra à lista de amostras.

Uma nova entrada aparece na lista de amostras. Ela contém uma amostra identificada com , seguida pela sua subamostra identificada com .

	Nome da amostra		N.º	Nome da subamostra		
	Amostra 1		1	Subamostra 1		

Conforme o perfil da amostra, a nova amostra contém 1 subamostra que utiliza o procedimento operacional **Teste de desempenho do equipamento**.

- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Salvar a lista de amostras clicando em  ou pressionando as teclas **[CTRL]+[S]**.

5 Executar o teste de desempenho do equipamento

- Selecione a amostra que realizará os testes de desempenho do equipamento.
- Iniciar os testes clicando em .

Após a conclusão do teste de desempenho do equipamento, o status da subamostra é exibido como .

6 Verificar o resultado

- Na área inferior direita, abrir **Resultados** ▶ **Dados originais**.

Os resultados do teste de comprimento de onda e do teste de ruído serão exibidos. Em ambos os testes, verificar o status geral:

Status geral
Com êxito

 **Advertência de status:** se um teste de desempenho do equipamento falhar, o ícone de subamostras na lista de amostras será marcado em vermelho:



 Informações sobre os testes de desempenho do equipamento podem ser visualizadas nas propriedades do equipamento:

- Sob **Equipamento** ▶ **Equipamentos**, selecionar o equipamento reservado.
- Com um clique em , abrir a janela **Propriedades**.
- **Dados específicos** ▶ **Dados da calibração e dados de teste**



i A variável **OverallStatus.Result**, dos comandos **TEST WL** e **TEST NOISE** mostra o status geral de cada teste:

- 1:** o teste foi bem-sucedido.
- 2:** o teste falhou.

i Siga as etapas de solução de problemas para testes que falharam (*ver capítulo 10.1, página 163*).

3.3.3 Testes de desempenho do equipamento externos (opcional)

Os testes de desempenho do equipamento externos cumprem a validação de acordo com várias farmacopeias, como USP <856>, Ph.Eur 2.2.40 e JP 2.27. Padrões de referência externos e metrologicamente rastreáveis são necessários. Para cada padrão de referência externo, o arquivo de padrão OMNIS correspondente (*.ostd) deve ser importado para o OMNIS Software (consulte *Metrohm Knowledge Base*).

Para permitir que testes de desempenho do equipamento internos e externos sejam realizados de forma independente:

- Criar métodos, procedimentos operacionais e perfis da amostra separados.
- Para os testes de desempenho do equipamento externos, proceda de forma análoga aos testes de desempenho do equipamento interno, com as seguintes modificações e adições.

i Os comandos registram automaticamente um espectro de referência. Por isso, o comando **MEAS REF SPEC** não é necessário.

TEST WL

- Selecionar e inserir o comando **TEST WL** no método.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em
- Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Parâmetros de medição**, inserir os parâmetros de medição:
 - Selecionar o modo de medição **Externo**.
 - **Liquid Sample Presentation**: selecionar o padrão **WL Standard Transmission OMNIS NIR**.
 - **Solid Sample Presentation**: selecionar o padrão **WL Standard Reflection OMNIS NIR**.

TEST NOISE – Teste Low-Flux

- Selecionar e inserir o comando **TEST NOISE** no método.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em

- Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Parâmetros de medição**, inserir os parâmetros de medição:
 - Selecionar o modo de medição **Teste Low-Flux**.
 - **Liquid Sample Presentation**: selecionar o padrão **ND Standard Transmission 4 (OD 1.0) OMNIS NIR**.
 - **Solid Sample Presentation**: selecionar o padrão **ND Standard Reflection 2 (R10) OMNIS NIR**.

TEST NOISE – Teste High-Flux

- Selecionar e inserir mais um comando **TEST NOISE** no método.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em 
- Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Parâmetros de medição**, inserir os parâmetros de medição:
 - Selecionar o modo de medição **Teste High-Flux**.
 - **Liquid Sample Presentation**: selecionar o padrão **ND Standard Transmission 0 (OD 0) OMNIS NIR**.
 - **Solid Sample Presentation**: selecionar o padrão **ND Standard Reflection 5 (R99) OMNIS NIR**.

TEST PHOTOMETRIC LINEARITY

- Selecionar e inserir o comando **TEST PHOTOMETRIC LINEARITY** no método.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em 
- Sob **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Parâmetros de medição** inserir os padrões de referência:
 - **Liquid Sample Presentation**:
 - ND Standard Transmission 1 (OD 0.1) OMNIS NIR
 - ND Standard Transmission 2 (OD 0.3) OMNIS NIR
 - ND Standard Transmission 3 (OD 0.6) OMNIS NIR
 - ND Standard Transmission 4 (OD 1.0) OMNIS NIR
 - ND Standard Transmission 5 (OD 1.7) OMNIS NIR
 - **Solid Sample Presentation**:
 - ND Standard Reflection 1 (R05) OMNIS NIR
 - ND Standard Reflection 2 (R10) OMNIS NIR
 - ND Standard Reflection 3 (R40) OMNIS NIR
 - ND Standard Reflection 4 (R80) OMNIS NIR
 - ND Standard Reflection 5 (R99) OMNIS NIR

Realizar os testes de desempenho do equipamento externos

-  Observar os intervalos de execução recomendados (*ver capítulo 10.1, página 163*).

Para realizar os testes, proceda da mesma forma que para os testes de desempenho do equipamento internos. Para a colocação dos padrões de referência, siga as instruções da área **Curvas e dados** ▶ **Dados online**.

AVISO

Padrão errado

Se o padrão colocado não coincidir com o padrão selecionado no comando correspondente, os resultados do teste serão incorretos.

- O número de série do padrão colocado deve corresponder ao número de série exibido na área **Curvas e dados ▶ Dados online**.

4 Preparar o desenvolvimento de modelo

Com dispositivos do tipo **Liquid Sample Presentation**, podem ser desenvolvidos modelos para amostras de líquidos. Com dispositivos do tipo **Solid Sample Presentation**, podem ser desenvolvidos modelos para amostras de sólidos.

O desenvolvimento de modelos começa com a coleta de amostras de calibração e de amostras de validação.

Coletar as amostras

Coletar cuidadosamente as amostras para o desenvolvimento de um modelo:

- As amostras devem incluir variações de amostras típicas esperadas futuramente e também variações sazonais ou variações em função das condições do ambiente.
- As amostras devem ser distribuídas uniformemente por toda a gama de variações.
- Coletar preferencialmente conjuntos de amostras separados para a calibração e a validação.
- Todas as amostras devem ser manuseadas da mesma forma.

Quantificação

A Metrohm recomenda um mínimo de aproximadamente 50 amostras ou, para um primeiro modelo, aproximadamente 20 amostras. Quanto mais variações nas condições, componentes químicos ou tamanhos das partículas forem incluídos, maior será a quantidade de amostras necessárias.

1. Para cada amostra será registrado um espectro.
2. Para cada amostra, o valor de referência para o parâmetro de interesse será medido pelo método de referência, p. ex., por titulação. Caso existam vários valores de referência por amostra para um determinado parâmetro de interesse, o valor médio aritmético dos valores de referência deverá ser calculado para cada amostra. O valor médio é utilizado como valor de referência para a respectiva amostra. Cada valor médio deve ser formado a partir do mesmo número de valores de referência. Nesses casos, as figuras de mérito são expressas em relação a uma determinada quantidade de valores de referência.

Na medição de referência, se a amostra não se alterar ou for destruída, as medições também podem ser executadas na ordem inversa.

Identificação

Para cada produto, as amostras devem incluir todas as variações esperadas. Os produtos podem ter uma quantidade diferente de amostras, a quantidade mínima é 3.

- Para cada amostra será registrado um espectro.
- A identidade da amostra deve ser conhecida.

Qualificação

As amostras de calibração devem incluir todas as variações esperadas. A quantidade mínima de amostras no conjunto de dados de calibração é 3.

Opcionalmente, amostras de validação podem ser atribuídas ao conjunto de dados de validação positivo ou ao conjunto de dados de validação negativo.

- Para cada amostra será registrado um espectro.

Fluxos de trabalho

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo:

- Registrar os espectros das amostras de calibração (*ver "Registrar espectros das amostras de calibração", página 185*)
- Registrar os valores de referência ou nomes de produtos (*ver "Registrar valores de referência ou nomes de produtos", página 184*)

4.1 Preparar o registro do espectro

Um espectro deve ser registrado para cada amostra de calibração e cada amostra de validação.

i Para cada amostra, somente registrar um espectro. Para sólidos heterogêneos, utilizar a opção **Medição de vários pontos** (ver abaixo).

Para a preparação do registro do espectro, criar um método, um procedimento operacional, um perfil da amostra e uma lista de amostras da forma descrita a seguir.

Elaborar o método

Pré-requisito:

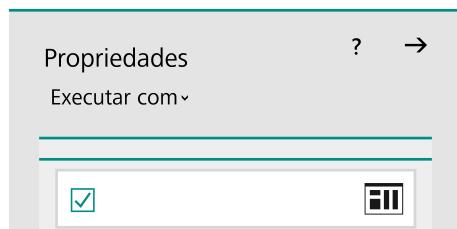
Um sistema de trabalho adequado foi criado (ver "Criar um sistema de trabalho", página 31).

1 Criar e nomear o método

- Em **Processos** ▶ **Métodos**, clicar em  +.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir um nome adequado no campo **Nome**.

2 Atribuir o sistema de trabalho

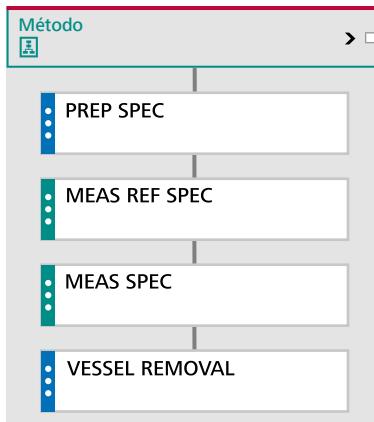
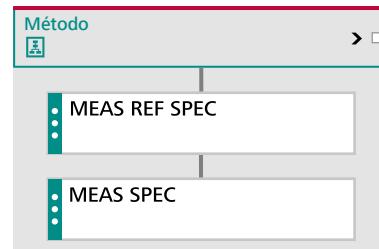
- Em **Propriedades** ▶ **Executar com**, selecionar o sistema de trabalho a ser usado:
 - Para amostras de líquidos, selecionar um sistema de trabalho que contenha um dispositivo do tipo **Liquid Sample Presentation**.
 - Para amostras de sólidos, selecionar um sistema de trabalho que contenha um dispositivo do tipo **Solid Sample Presentation**.



3 Inserir os comandos

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Em **Biblioteca** ▶ **Comandos**, selecionar os seguintes comandos e inserir no método ao arrastar e soltar:
 - Somente para apresentação de amostras de líquidos: **PREP SPEC** prepara a análise de amostras de líquidos.
 - MEAS REF SPEC** esboça o espectro de referência.
 - MEAS SPEC** registra o espectro de uma amostra.
 - Somente para amostras de líquidos: **VESSEL REMOVAL** serve para controlar a retirada do recipiente da amostra do suporte de amostra da apresentação de amostras de líquidos.

Observar a ordem correta dos comandos:

Amostras de líquidos**Estrutura básica****Amostras de sólidos****Estrutura básica**

i Com base no espectro de referência e no espectro registrado da amostra, o espectro de absorção da amostra é calculado.

i Há somente 1 espectro de referência por dispositivo. A cada execução do comando **MEAS REF SPEC**, o espectro de referência anterior será sobreescrito.

Por isso, o comando **MEAS SPEC** usa sempre o espectro de referência gravado por último de cada dispositivo.

i A Metrohm recomenda dar um nome representativo para cada comando em **Propriedades** ▶ **Geral**.

4 Configurar parâmetros de comando **MEAS SPEC** (somente com apresentação de amostra de sólido)

- Selecionar o comando **MEAS SPEC**.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Parâmetros de medição**, inserir os parâmetros de medição:
 - Selecionar o suporte a ser utilizado para a medição da amostra.
 - Selecionar o modo de medição que determina o número de medições. Recomendação:
Medição de vários pontos para sólidos heterogêneos.
Medição de um ponto para sólidos homogêneos.
 - Selecionar o recipiente de amostra que será utilizado na medição da amostra.

5 Configurar parâmetros de comando PREP SPEC (somente com apresentação de amostras de líquidos)

O comando **PREP SPEC** possibilita um controle de temperatura. A temperatura da amostra ou do suporte de amostra pode ser controlada para um valor entre 25 °C e 80 °C (ver capítulo 2.5, página 29).

Além disso, o comando **PREP SPEC** assegura que o suporte de amostra colocado seja adequado ao recipiente de amostra informado. Caso contrário, a determinação será cancelada. Se nenhum recipiente de amostra estiver colocado, é exibida uma solicitação de colocação da amostra.

- Selecionar o comando **PREP SPEC**.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em  Abrir a subárea **Parâmetros**.
 - Em **Recipiente de amostra**, selecionar o tipo utilizado e a designação exata do recipiente de amostra.
 - Em **Controle de temperatura**, ligar ou desligar o controle de temperatura. Se necessário, especificar o local do controle de temperatura e a temperatura alvo. Para o controle de temperatura na amostra, selecionar a opção **Recipiente de amostra**.
- **Aviso:** a temperatura alvo pode ser no máximo 5,0 K abaixo da temperatura ambiente.
- Se solicitado, selecionar o respectivo comando **VESSEL REMOVAL**.

AVISO

Danos no sensor de temperatura

Enquanto a temperatura for controlada no recipiente de amostra, o sensor de temperatura estará em contato direto com o recipiente de amostra. Para evitar danos no sensor de temperatura, é necessário que o sensor de temperatura seja afastado do recipiente de amostra antes de retirar o recipiente de amostra. Para isso, utilizar o comando **VESSEL REMOVAL**.

6 Configurar parâmetros de comando VESSEL REMOVAL (somente com apresentação de amostras de líquidos)

O comando **VESSEL REMOVAL** pode garantir a remoção do recipiente de amostra. A sequência do processo é interrompida até o recipiente de amostra ser removido. Isso possibilita uma sequência controlada nas determinações em série.

Se a temperatura for controlada no recipiente de amostra, o sensor de temperatura é afastado do recipiente de amostra. Assim que



aparecer a solicitação para retirada do recipiente de amostra, o recipiente de amostra poderá ser retirado sem causar danos ao sensor de temperatura.

O controle de temperatura pode ser desativado ou continuado no suporte de amostra.

- Selecionar o comando **VESSEL REMOVAL**.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
 - Abrir a subárea **Parâmetros**.
 - Ativar a opção **Garantir a remoção do recipiente de amostra**. Isso interrompe a sequência do processo e solicita que o usuário retire o recipiente de amostra do suporte de amostra. Assim que a amostra for removida, a sequência do processo será continuada.
 - Para o parâmetro **Controle de temperatura Suporte de amostra**, ativar a opção **Continuar**. Isso continua um controle de temperatura em execução no suporte de amostra, independentemente do local onde o controle de temperatura era feito até o momento.

7 Salvar o método

- Validar o método ao clicar em .
- Salvar o método clicando em  ou pressionando as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o procedimento operacional

1 Criar o procedimento operacional

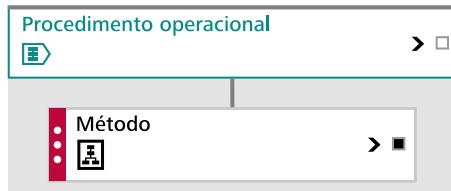
- Em **Processos** ▶ **Procedimentos operacionais**, clicar em .

2 Nomear o procedimento operacional

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir um nome adequado no campo **Nome**.

3 Inserir o método

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Inserir o método criado ao arrastar e soltar **Biblioteca** ▶ **Métodos** no procedimento operacional.



4 Salvar o procedimento operacional

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o perfil da amostra

1 Criar e nomear o perfil da amostra

- Em **Amostras** ► **Perfis da amostra**, clicar em +.
- Inserir um nome adequado no campo **Nome do perfil da amostra**.

2 Campo de introdução para o nome da amostra

A área **Dados da amostra** contém um campo para o nome da amostra:

Dados da amostra

Nome do campo, curto
Nome

Nome do campo, longo
Nome

Tipo de campo de introdução
Texto

Utilizar como
Campo de introdução

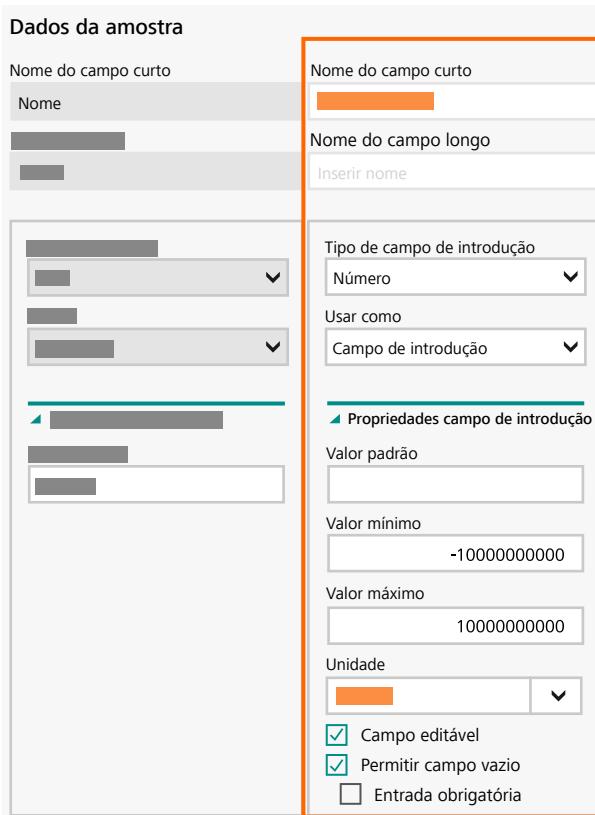
Propriedades campo de introdução
Valor padrão
My Sample name

- Inserir **Valor padrão** para o nome da amostra.

3 Para quantificação: adicionar o campo de introdução da amostra para os parâmetros de referência

 Somente dados da amostra podem ser utilizados como parâmetros de referência, não é possível usar dados da subamostra.

- Na área **Dados da amostra**, adicionar um campo de introdução clicando em . Um novo campo de introdução é adicionado à direita.
- **Nome do campo, curto**: inserir o nome que deve ser usado como título de coluna na lista de amostras.
- **Nome do campo, longo**: opcionalmente, inserir o nome que deve ser usado como denominação nos relatórios.
- **Aviso**: se o campo **Nome do campo, longo** estiver vazio, será utilizado nos relatórios o nome no campo **Nome do campo, curto**.
- **Tipo de campo de introdução**: **Número**.
- **Utilizar como**: **Campo de introdução**
- Na seção **Propriedades campo de introdução**:
 - Ativar a caixa de controle **Permitir campo vazio**. Desativar a caixa de controle **Forçar a entrada**.
 - Deixar o campo **Valor padrão** vazio.
 - Inserir o **Unidade** em que o parâmetro de referência será inserido.
 - Opcionalmente, alterar **Valor mínimo** e **Valor máximo** para o campo de introdução.
 - Para que o campo de introdução possa ser editado, a caixa de controle **Campo editável** deve estar ativada.



i Diversos parâmetros de referência

Se for necessário prever vários parâmetros de interesse, adicionar um campo de introdução separado para cada parâmetro de referência (ver *"Diversos parâmetros de interesse (quantificação)",* página 161).

i Para excluir um campo de introdução **Nome do campo, curto**, clicar à direita e selecionar **[Apagar o campo de introdução]** no menu de contexto.

4 Para identificação e verificação: adicionar o campo de introdução para o parâmetro de produto

i Somente dados da amostra podem ser utilizados como parâmetros de produto, não é possível usar dados da subamostra.

- Na área **Dados da amostra**, adicionar um campo de introdução clicando em . Um novo campo de introdução é adicionado à direita.
- **Nome do campo, curto**: inserir o nome que deve ser usado como título de coluna na lista de amostras.



- **Nome do campo, longo:** opcionalmente, inserir o nome que deve ser usado como denominação nos relatórios.
Aviso: se o campo **Nome do campo, longo** estiver vazio, será utilizado nos relatórios o nome no campo **Nome do campo, curto**.

Os nomes de produto podem ser inseridos na lista de amostras como texto ou ao selecionar na lista. Se as verificações forem realizadas posteriormente, use a seleção de lista.

Escrever os nomes dos produtos no campo de texto:

- **Tipo de campo de introdução:** **Texto**.
- **Utilizar como:** **Produto**
- Se necessário, preencher a seção **Propriedades campo de introdução**.

Selecionar nomes de produtos da lista:

- **Tipo de campo de introdução:** **Lista de seleção**.
- **Utilizar como:** **Produto**
- Na seção **Propriedades campo de introdução** selecionar os nomes dos produtos de um modelo ou adicionar manualmente:
 - **Selecionar itens:** Clicar em **Selecionar os itens**. Selecionar um modelo de identificação ou hierarquia de modelos. Com um clique em **Selecionar**, assumir o nome do produto do modelo.
 - **Adicionar itens manualmente:** Em **Elementos da lista**, inserir os nomes dos produtos e adicionar cada nome de produto inserido clicando em **+**.
- Se for desejada a entrada de texto livre além dos elementos predefinidos da lista, ativar a caixa de controle **Permitir o texto livre**.
- Se necessário, efetuar outras configurações.

Escrever os nomes dos produtos no campo de texto

Dados da amostra

Nome do campo curto

Nome do campo longo

Inserir nome

Tipo de campo de introdução

Texto

Usar como

Produto

Propriedades campo de introdução

Valor padrão

Campo editável

Permitir campo vazio

Entrada obrigatória

Selecionar os nomes de produtos da lista

Dados da amostra

Nome do campo curto

Nome do campo longo

Inserir nome

Tipo de campo de introdução

Lista de seleção

Usar como

Produto

Propriedades campo de introdução

Selecionar os itens

Elementos da lista

Inserir nome +

Produto A

Produto B

Produto C

Valor padrão

Vazio

Permitir o texto livre

Permitir campo vazio

Entrada obrigatória

5 Definir o procedimento operacional e o número de subamostras

- Na área **Procedimentos operacionais / Subamostras**, selecionar o procedimento operacional criado.
- A opção Quantidade de subamostras define quantas subamostras serão adicionadas automaticamente para cada amostra. Inserir **1**.

Procedimentos operacionais / Subamostras

Procedimentos operacionais

Quantidade de subamostras

1

6 Salvar o perfil da amostra

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se forem necessários vários perfis de amostra (por exemplo, para diferentes produtos):

1. Em **Amostras** ► **Perfis da amostra**, selecionar o perfil da amostra já criado.
2. Duplicar o perfil da amostra selecionado ao clicar em .
3. Abrir o perfil da amostra duplicado e fazer os ajustes necessários.

Elaborar a lista de amostras

1 Criar e nomear a lista de amostras

- Em **Amostras** ► **Listas de amostras**, clicar em .
- Uma nova guia é aberta.
- Inserir um nome adequado no campo **Nome**.

Lista de amostras 

2 Adicionar as amostras

- Na lista de seleção à esquerda do ícone , selecionar o perfil da amostra criado.



Em seguida, as amostras adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

- Clicar em  para adicionar uma nova amostra à lista de amostras. Adicionar a quantidade necessária de amostras. Cada linha da lista de amostras contém uma amostra identificada com o ícone . À direita delas seguem os dados da amostra. E, depois disso, segue a subamostra identificada com  e os dados da subamostra.
- As amostras serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado:
 - Quantificação: com o campo de introdução definido para os parâmetros de referência e sua unidade, contanto que tenha sido definida uma unidade.
 - Identificação e verificação: com o campo de introdução definido para o parâmetro de produto.
 - Cada amostra contém 1 subamostra que utiliza o procedimento operacional definido.

	Nome da amostra	Nome dos parâmetros de referência		N.º	Nome da subamostra	Procedimento operacional
	Amostra 1	%		1	Subamostra 1	
	Amostra 2	%		2	Subamostra 2	
	Amostra 3	%		3	Subamostra 3	

Figura 5 Lista de amostras (exemplo para quantificação)

- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Se os valores de referência (quantificação) ou os nomes de produto (identificação e verificação) já forem conhecidos, eles devem ser inseridos nos respectivos campos.

3 Salvar a lista de amostras

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se forem necessárias várias listas de amostras (por exemplo, para diferentes produtos):

1. Em **Amostras** ► **Listas de amostras**, selecionar a lista de amostras já criada.
2. Duplicar a lista de amostras selecionada ao clicar em .
3. Abrir a lista de amostras duplicada e fazer os ajustes necessários.

 Os valores de referência ou nomes de produto também podem ser inseridos de outras formas na lista de amostras (consultar [Metrohm Knowledge Base](#)).

- Manualmente durante a determinação, p. ex., em uma janela de consulta.
- Em uma quantificação, também é possível inserir automaticamente a partir de uma determinação anterior ou seguinte com o método de referência.

As listas de amostras e os processos estão preparados para o registro dos espectros (*ver "Registrar os espectros", página 61*).

4.2 Registrar os espectros

ATENÇÃO

Substâncias inflamáveis sobre superfície quente

Risco de incêndio e queimaduras ao derramar substâncias inflamáveis. As amostras podem ser aquecidas a uma temperatura de até 80 °C.

- Evitar fontes de ignição.
- Utilizar proteção de aterramento.
- Utilizar um dispositivo de sucção.
- Eliminar imediatamente líquidos e sólidos derramados.

CUIDADO

Aumento do volume da amostra devido ao aquecimento

Ferimentos e riscos à saúde causados por transbordamento, quebra do recipiente da amostra ou pela tampa lançada com violência.

- Encher o recipiente de amostra somente até a altura mínima de 2 cm. O líquido pode aumentar de volume no espaço restante. Alternativamente, usar tampas com perfurações capilares.
- Pressionar suavemente a tampa para que o recipiente de amostra não seja danificado.

CUIDADO

Frasco de amostra quente

Queimaduras na pele ao entrar em contato com superfícies quentes ou líquidos quentes. O suporte de amostra, os frascos de amostra e as amostras podem ser aquecidos a uma temperatura de até 80 °C.

- Usar equipamentos de proteção pessoal e luvas resistentes a altas temperaturas.
- Eliminar imediatamente líquidos e sólidos derramados.

Registrar os espectros para o desenvolvimento de um modelo

Pré-requisitos:

- O registro do espectro está preparado ([ver "Preparar o registro do espectro", página 50](#)).
- O espectrômetro está reservado ([ver "Reservar e liberar os equipamentos", página 28](#)).
- O suporte de amostra correto foi colocado. O suporte de amostra deve ser adequado ao recipiente de amostra utilizado.

1 Abrir a lista de amostras

- Abrir a barra de funções **Amostras**.
- Se a lista de amostras tiver sido fechada, abrir a lista de amostras em **Amostras** ► **Listas de amostras** ao clicar duas vezes.

 Quantificação: os campos de introdução da amostra para o parâmetro de referência ainda podem estar vazios neste momento. Os valores de referência podem ser determinados e inseridos após o registro do espectro.

Identificação e verificação: os nomes dos produtos podem ser inseridos antes ou depois do registro do espectro.

2 Adicionar outras amostras (opcional)

Se forem necessárias outras amostras:

- Na lista de seleção à esquerda do ícone +, selecionar o perfil da amostra criado.



A seguir, as amostras adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

- Ao clicar em , adicionar novas amostras à lista de amostras.
- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Com um clique em , salvar a lista de amostras.

3 Executar as determinações

AVISO

Danos no sensor de temperatura durante o controle de temperatura no recipiente de amostra

Se o recipiente de amostra for retirado enquanto o sensor estiver em contato direto com o recipiente de amostra, o sensor pode ser danificado.

- Só retirar o recipiente de amostra quando a medição estiver terminada e o sensor de temperatura estiver afastado do recipiente de amostra.
- Selecionar a subamostra a ser analisada de uma das seguintes formas:
 - Selecionar a subamostra ao clicar no ícone .
 - Para fins de análise, basta selecionar uma única célula da subamostra.
- Preparar a amostra física correspondente.
Colocar o recipiente de amostra no suporte de amostra.
- Iniciar a determinação ao clicar em . Um número no botão informa quantas subamostras serão executadas.
- O procedimento operacional atribuído à subamostra será iniciado. Seguir eventuais instruções na área **Curvas e dados ▶ Dados online**. Se a temperatura no recipiente de amostra for controlada, retirar o recipiente de amostra somente depois da solicitação.
- Após a conclusão bem-sucedida da análise, o status da subamostra é exibido como .

- Executar as determinações para todas as outras amostras da mesma forma.

 A temperatura alvo pode ser no máximo 5,0 K abaixo da temperatura ambiente.

 Se os processos forem adequados para determinações em série, podem ser selecionadas ao mesmo tempo várias subamostras. Alternativamente,

 inicia todas as subamostras executáveis em uma lista de amostras.

- Amostras de líquidos: o comando **VESSEL REMOVAL** possibilita determinações em série.
- Amostras de sólidos: para a execução de determinações em série, devem ser previstas ações do usuário (por exemplo, com o comando **WAIT**).

Verificação visual dos espectros

Uma verificação visual dos espectros possibilita a identificação de faixas de comprimento de onda com ruídos e possíveis medições incorretas.

Pré-requisito:

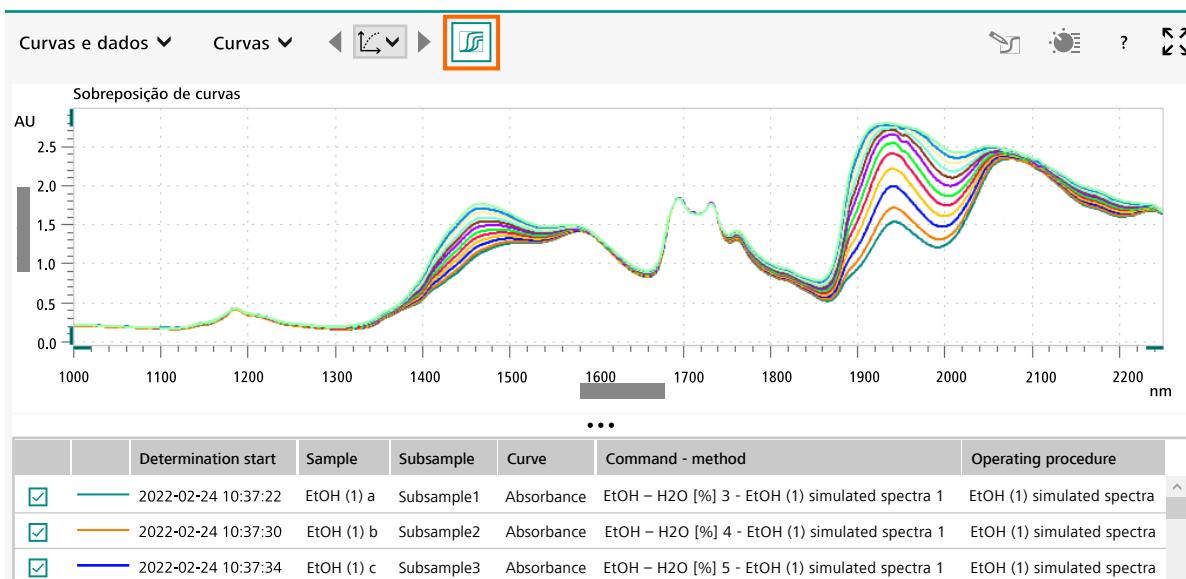
A análise das subamostras foi concluída com sucesso.

1 Abrir a subárea 'Curvas'

- Na guia da lista de amostras, abrir **Curvas e dados** ► **Curvas** na parte inferior esquerda.

2 Exibir e verificar os espectros

- Exibir o espectro individual:
 - Na lista de amostras, selecionar a subamostra correspondente (marcada com o ícone .
- Exibir vários espectros:
 - Ativar a sobreposição de curvas clicando em .
 - Selecionar várias subamostras na lista de amostras usando as teclas **[CTRL]** ou **[SHIFT]**.
- Verificar os espectros (*ver capítulo 11.3, página 167*).



Valores de referência (quantificação) e nomes de produto (identificação e verificação)

1 Método de referência (quantificação)

- Medir os valores de referência das amostras com um método de referência adequado, p. ex., por meio de titulação.

2 Inserir os valores de referência ou nomes de produto

- Inserir os valores de referência ou nomes de produto nos campos correspondentes da lista de amostras.

i Adicionar os dados da amostra à lista de amostras

Se ainda não houver dados da amostra disponíveis para o parâmetro de referência ou o parâmetro de produto no início da medição, é possível adicionar um campo de introdução da seguinte forma:

- Ao clicar em , selecionar as amostras que devem ser adicionadas para um campo de introdução. Para selecionar todas as amostras, clicar em .
- Clicar duas vezes com o botão direito sobre a amostra selecionada para abrir o menu de contexto e selecionar **Adicionar os dados da amostra**.
- Adicionar dados da amostra para o parâmetro de referência ou o parâmetro de produto (ver "Preparar o registro do espectro", página 50).

3 Salvar a lista de amostras

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se várias listas de amostras tiverem sido preparadas, editar todas as listas de amostras da maneira descrita anteriormente.

Quantificação: para desenvolver um modelo de quantificação, continuar com *Modelo de quantificação, capítulo 5, página 67..*

Identificação, verificação: para desenvolver um modelo de identificação, continuar com *Modelo de identificação, capítulo 6, página 103..*

Qualificação: para desenvolver um modelo de qualificação, continuar com *Modelo de qualificação, capítulo 7, página 122..*

5 Modelo de quantificação

5.1 Criar modelo de quantificação

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo (*ver "Desenvolvimento de um modelo", página 186*).

i Vários parâmetros de interesse

Para prever mais de um parâmetro de interesse para cada amostra, criar um modelo separado para cada parâmetro (*ver "Diversos parâmetros de interesse (quantificação)", página 161*).

Criar modelo de quantificação

Pré-requisito:

- Foram registrados espectros para o desenvolvimento do modelo (*ver "Registrar os espectros", página 61*).

1 Criar e nomear modelo de quantificação

- Em **Modelos** ▶ **Modelos de quantificação**, clicar em . Um novo modelo de quantificação é exibido em uma nova guia.
- Inserir um nome adequado no campo de introdução **Nome do modelo de quantificação**.

2 Selecionar amostras e parâmetros de referência

- Exibir todas as listas de amostras ao clicar em **Listas de amostras**.
- Selecionar todas as listas de amostras que foram preparadas para o desenvolvimento do modelo.

Criar modelo de quantificação

Nome do modelo de quantificação

Listas de amostras

Resultados de busca

Importação XDS/DS

Nome	Salvo	Parâmetro de referência	Unidade
EtOH (1) simulation	2022-02-22 20:38:13	H2O	%
EtOH (2) simulation	2022-02-24 09:42:40		
My sample list	2022-02-17 10:49:44		

i As amostras também podem ser selecionadas por um resultado de busca.

Se necessário, também podem ser importadas amostras de equipamentos XDS e DS (ver "Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)", página 179).

i A seleção de amostras pode ser adaptada posteriormente.

- A lista **Parâmetros de referência** exibe os dados da amostra adequados como parâmetros de referência.
Selecionar o parâmetro de referência desenvolvido para o modelo. Se o parâmetro de referência tiver diferentes denominações, selecionar todas as denominações.
- Clicar em **[Continuar]**.

3 Definir os parâmetros de referência

- A lista **Parâmetros de referência** exibe todas as denominações que foram selecionadas para o parâmetro de referência no passo anterior.
Selecionar todas as denominações necessárias nesta lista.

Definir parâmetro de referência

Nome do modelo de quantificação

Parâmetro de referência	Unidade
H2O	%

Nome do parâmetro de referência

H2O

Unidade do parâmetro de referência

%

Casas decimais

2

- No campo **Nome dos parâmetros de referência**, inserir o nome que o modelo deve usar.
- Selecionar **Unidade dos parâmetros de referência** que o modelo deve usar.
- Inserir a quantidade de **Casas decimais** para a representação dos resultados.

Todos os espectros que dispõem das denominações selecionadas do parâmetro de referência serão adicionados ao modelo.

4 Desenvolvimento de modelo automático ou manual

i Se for necessário desenvolver o modelo automaticamente só depois da seleção de amostra ser adaptada, continuar com o desenvolvimento de modelo manual.

- **Desenvolvimento de modelo automático**

Desenvolvimento de modelo automático com o **OMD (OMNIS Model Developer)** e as amostras selecionadas. Depois do desenvolvimento de modelo automático, o modelo pode ser publicado, validado ou desenvolvido.

- Clicar em **[Iniciar OMD]**.

A duração da execução do OMD depende da quantidade de espectros.

- Continuar com o *capítulo 5.2, Desenvolvimento de modelo automático – OMD, página 69.*

- **Desenvolvimento de modelo manual**

- Clicar em **[Criar]**.

O novo modelo será aberto em uma guia.

- Salvar o modelo: clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

- Continuar com o *capítulo 5.3, Desenvolvimento de modelo manual, página 72.*

5.2 Desenvolvimento de modelo automático – OMD

O **OMD (OMNIS Model Developer)** automatiza o desenvolvimento de modelos de quantificação, apresenta uma seleção dos modelos mais adequados e avalia sua capacidade de previsão.

Pré-requisito:

O OMD foi iniciado com **[Iniciar OMD]**.

1 Verificar a quantidade de modelos de quantificação calculados

Assim que os cálculos estiverem terminados, o OMD oferece 5 modelos para seleção.

Modelos de quantificação calculados

Nome do modelo de quantificação	Casas decimais			
	4			
Modelo nº	SEC	SECV	SEP	IR ² P
1	0.0019	0.0020	0.0030	0.990
2	0.0017	0.0018	0.0030	0.990
3	0.0019	0.0020	0.0031	0.990
4	0.0012	0.0014	0.0023	0.994
5	0.0012	0.0015	0.0023	0.994

Os modelos são ordenados de acordo com sua capacidade de previsão. São listadas as figuras de mérito para cada modelo.

Na borda esquerda da tabela, os modelos são identificados com as seguintes cores:

- **Verde** indica os modelos que possuem boa capacidade de previsão. Se a quantidade de amostras for suficientemente grande, o modelo funciona bem com todas as amostras desconhecidas do mesmo tipo. As figuras de mérito fornecem uma estimativa confiável de erros futuros.
- **Amarelo** indica que os modelos possuem uma capacidade de previsão média. Se a quantidade de amostras for suficientemente grande, espera-se que o modelo tenha um bom desempenho. As figuras de mérito podem ser muito otimistas para amostras futuras. É recomendado executar uma validação separada.
- **Vermelho** indica que os modelos não possuem uma boa capacidade de previsão. O modelo tem problemas graves. Ele não deve ser utilizado.

i Se um modelo de quantificação ainda puder ser aprimorado, sugestões para o aprimoramento são exibidas na tooltip do modelo.

2 Verificar figuras de mérito

Para cada modelo, são apresentados os seguintes erros padrão:

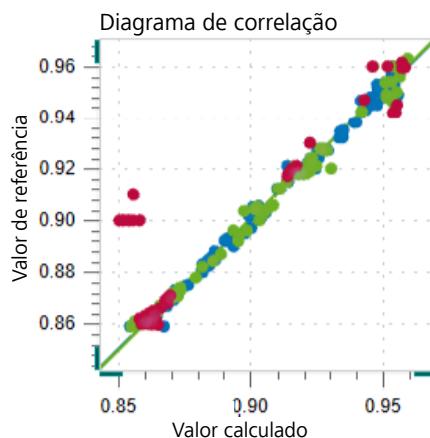
- **SEC**: erro padrão da calibração.
- **SECV**: erro padrão da validação cruzada.
- **SEP**: erro padrão da predição. Na análise de amostras desconhecidas, esse número é o melhor valor estimado para o erro de previsão. O SEP é exibido somente se um conjunto de dados de validação estiver disponível.

Aviso: OMD só cria um conjunto de dados de validação se restarem pelo menos 100 espectros após a detecção de outliers.

O modelo 1 tem a melhor capacidade de previsão, mas também tem um erro padrão considerável.

3 Verificar diagrama de correlação

Ao clicar em um único modelo, o respectivo Diagrama de correlação é exibido.



O **Diagrama de correlação** possibilita estimar resumidamente o desempenho de um modelo. O diagrama representa a correlação entre os valores calculados com o modelo (eixo x) e os valores de referência (eixo y).

Cada ponto representa uma amostra:

- Os pontos azuis representam as amostras no conjunto de dados de calibração.
- Os pontos verdes representam as amostras no conjunto de dados de validação (se disponível).
- Os pontos vermelhos representam as amostras no conjunto de dados de outliers (se disponível).

Uma reta de regressão é traçada pelos pontos azuis e verdes, de modo que a relação entre os valores de referência e os valores calculados seja descrita da melhor maneira possível.

Avaliar diagrama de correlação

- O slope da reta de regressão azul e verde deve ser o mais próximo possível de 1, a interceptação y deve ser o mais próxima possível de 0.
- Os pontos azuis e verdes devem estar o mais próximos possível da respectiva reta de regressão.

💡 A reta de regressão e os pontos podem se sobrepor.

4 Validar, continuar a desenvolver ou publicar modelos

💡 Para que o modelo possa ser usado em determinações e reavaliações, ele deve ser publicado.

Publicar diretamente um dos 5 modelos



- Se o OMD tiver sido iniciado na criação do modelo:
 - Selecionar um modelo e clicar em **[Salvar e publicar]**. Os outros 4 modelos serão descartados.
 - Em **Modelos ▶ Modelos de quantificação**, é exibida a última versão publicada. O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada do modelo.
- Se o OMD tiver sido iniciado em um modelo aberto:
 - Selecionar um modelo e clicar em **[Editar]**.
 - Salvar o modelo: clicar em **F** ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.
 - Continuar com o *capítulo 5.4, Publicar o modelo de quantificação, página 95*.

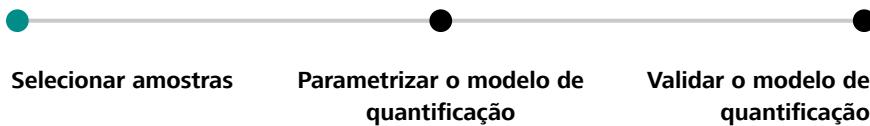
Validar ou continuar a desenvolver um ou mais modelos

- Selecionar um ou mais modelos. Para fazer uma seleção múltipla, utilizar a tecla **[SHIFT]** ou a tecla **[CTRL]**.
- Clicar em **[Editar]**. Cada modelo selecionado será aberto em uma nova guia.
- Salvar novos modelos: nas respectivas guias, clicar em **F** ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.
- Continuar com o *capítulo 5.3, Desenvolvimento de modelo manual, página 72*.

5.3 Desenvolvimento de modelo manual

5.3.1 Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados

A guia do modelo de quantificação mostra uma barra de navegação horizontal na parte superior, o **navegador**. O navegador orienta nos passos seguintes do desenvolvimento de modelo.



i Apresentação de espectros

Nos 3 passos do processo, os espectros individuais são exibidos na forma de curvas, pontos ou linhas de tabela.

Os espectros selecionados são destacados simultaneamente em todas as apresentações e passos do processo.



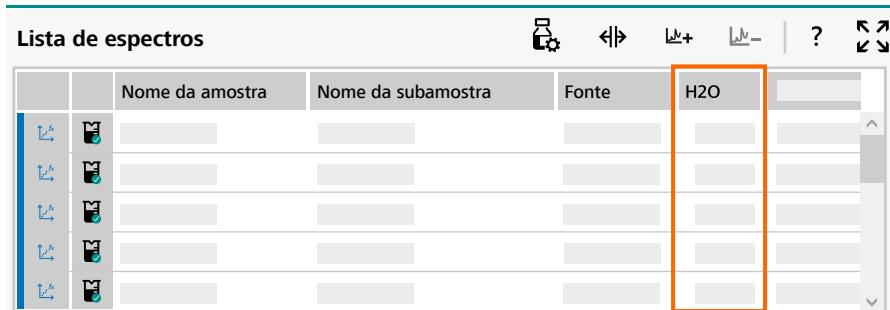
i Tabelas e diagramas

O manuseio de tabelas e diagramas é descrito no anexo:

- Manuseio de tabelas ([ver capítulo 11.2, página 166](#))
- Manuseio de diagramas ([ver capítulo 11.3, página 167](#))

Passo do processo Selecionar amostras

A área **Lista de espectros** exibe os espectros das amostras selecionadas:



	Nome da amostra	Nome da subamostra	Fonte	H2O
1				
2				
3				
4				
5				

Um campo de introdução exibe cada um dos respectivos valores de referência (marcados em laranja na imagem).

O passo do processo **Selecionar amostras** permite fazer o seguinte:

- **Adaptar a seleção de amostras**

Adicionar mais espectros ou excluir espectros.

- **Dividir o conjunto de dados**

Divisão do conjunto de dados automática ou manual:

- **Conjunto de dados de calibração**: o modelo será calculado novamente com os espectros e valores de referência do conjunto de dados de calibração.
- **Conjunto de dados de validação**: os espectros e valores de referência do conjunto de dados de validação servem exclusivamente para a validação do modelo.
- **Conjunto de dados de outliers**: o conjunto de dados de outliers não influencia o modelo ou a validação dele. Os outliers são apresentados somente por motivos informativos em alguns diagramas.

i Um modelo pode ser desenvolvido sem conjunto de dados de validação, p. ex., quando estiver disponível apenas uma quantidade limitada de amostras em uma primeira fase.

Adaptar a seleção de amostras (opcional)

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano ([ver "Criar modelo de quantificação", página 67](#)).

- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Adicionar ou excluir os espectros

A seleção de amostras e parâmetros de referência podem ser adaptadas na área **Lista de espectros** a qualquer momento:

- Para selecionar as amostras cujos espectros devem ser adicionados à lista de espectros, clicar em .
 - Para remover espectros da lista de espectros, selecionar os espectros e clicar em .
- Aviso: as respectivas amostras, inclusive os espectros, permanecem no banco de dados.
- Clicar em , para alterar o seguinte:
 - o nome ou a unidade dos parâmetros de referência
 - a seleção de denominações para o parâmetro de referência
 - o número de casas decimais para o parâmetro de referência e para todos os resultados

 Se o valor de referência de um espectro tiver que ser editado, abrir a respectiva lista de amostras ou o resultado de busca e clicar duas vezes no valor de referência.

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

1 Alternar para o desenvolvimento de modelo automático

As outras configurações nesta guia não influenciam o **OMD (OMNIS Model Developer)**. Portanto, neste ponto é possível alternar para o desenvolvimento de modelo automático:

- Se necessário, verificar a distribuição homogênea dos valores de referência no histograma (*ver "Histograma", página 78*).
- O OMD procura automaticamente por outliers e os exclui do desenvolvimento de modelos.

Mas, se os outliers deverem ser excluídos manualmente, eles deverão ser removidos da lista de amostras. Uma atribuição ao conjunto de dados de outliers não tem efeito no OMD.

- Clicar em **[Iniciar OMD]**.

A duração da execução do OMD depende da quantidade de espectros.

Definir o nível de significância para a identificação de outliers

Pré-requisito

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo de quantificação está aberto (ver "Criar modelo de quantificação", página 67).

1 Editar as propriedades do modelo

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Limites de outliers**, determinar o **Nível de significância** para a detecção de outliers. Quanto maior for o nível de significância, mais outliers espectrais serão reconhecidos. Valores típicos são 5% ou 1%. O nível de significância é utilizado da seguinte forma:
 - A detecção de outliers automática durante o desenvolvimento do modelo considera o nível de significância no momento da detecção de outliers (ver abaixo).
 - A detecção de outliers na previsão de propriedades da amostra considera o nível de significância no momento da publicação do modelo.

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Determinar o conjunto de dados de outliers e conjunto de dados de validação

A detecção de outliers possibilita a criação automática de um conjunto de dados de outliers. Os espectros que permanecerem podem ser divididos automaticamente em um conjunto de dados de calibração ou um conjunto de dados de validação.

Se tiverem sido coletadas amostras separadas para calibração e para validação, as amostras podem ser atribuídas manualmente.

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto (ver "Criar modelo de quantificação", página 67).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Acessar a divisão do conjunto de dados

- Na área **Lista de espectros**, clicar em .



É aberto o diálogo **Divisão do conjunto de dados**.

2 Determinar o conjunto de dados de outliers

- Para atribuir espectros automaticamente ao conjunto de dados de outliers, ativar o seletor **Determinar outliers**. A detecção de outliers automática reconhece os seguintes tipos de outliers:
 - Outliers espectrais com base em desvios nos espectros
 - Outliers de valor de referência com base em anomalias nos valores de referência

Caso necessário, adaptar **Nível de significância**. Quanto maior for o nível de significância, mais outliers espectrais serão reconhecidos. Valores típicos são 5% ou 1%.

3 Determinar o conjunto de dados de validação

Na divisão automática ocorre uma verificação para que o conjunto de dados de calibração e o conjunto de dados de validação sejam representativos em relação à totalidade do material e independentes um do outro.

- Para atribuir espectros automaticamente ao conjunto de dados de validação, ativar o seletor **Determinar conjunto de dados de validação**.
 - No campo **Percentual**, definir o percentual de espectros que deverão ser utilizados para o conjunto de dados de validação, por exemplo, entre 20% e 30%.

4 Definir as opções

Definir as opções para atribuição de conjunto de dados:

- Aplicar a parametrização**: aplicar o pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda aos espectros (*ver "Parametrizar o modelo de quantificação", página 87*).
- Aviso**: alterações posteriores na parametrização ou no nível de significância não têm qualquer efeito sobre a atribuição de conjuntos de dados. A não ser que o conjunto de dados seja dividido novamente.
- Manter outliers**: manter outliers existentes e não considerar na divisão. Esta opção pode levar a um aumento do conjunto de dados de outliers, mesmo sem alterar **Nível de significância**.
- Manter conjunto de dados de validação**: manter o conjunto de dados de validação existente e não considerar na divisão. Esta opção leva a um aumento do conjunto de dados de validação, mesmo sem alterar **Percentual**.

5 Iniciar a divisão automática

- Clicar em **[Dividir]**.

O conjunto de dados será dividido conforme as configurações realizadas.

6 Verificar a divisão

Assim que pelo menos um espectro for selecionado na lista de espectros, os espectros selecionados serão destacados na área **Sobreposição de espectros**.

Nas áreas **Histograma** e **Sobreposição de espectros**, os espectros no conjunto de dados de calibração são mostrados em **azul**, os espectros no conjunto de dados de validação em **verde** e os espectros no conjunto de dados de outliers em **vermelho**.

Na área **Lista de espectros**, as atribuições são representadas pelos seguintes ícones:



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de calibração.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de validação.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de outliers.



Exibe dados em falta ou inválidos. Consultar a tooltip.

7 Divisão manual (opcional)

A divisão manual pode ser executada com ou sem uma divisão automática prévia.

- Clicar com o botão direito em um espectro para abrir o menu de contexto. Atribuir o espectro ao respectivo conjunto de dados:



Registro de dados de calibração



Registro de dados de validação



Registro de dados de outliers

 Atribuir vários espectros simultaneamente:

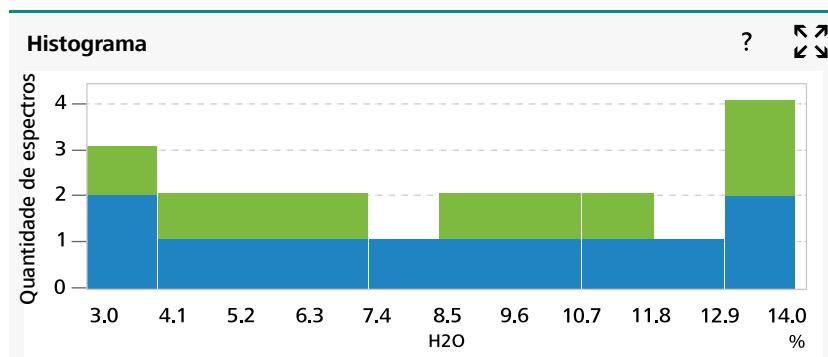
- Opcionalmente, colocar os espectros em uma ordem adequada. Ordenar a lista de visão geral ao clicar em um título de coluna.
- Selecionar vários espectros usando as teclas **[CTRL]** ou **[SHIFT]**.
- Abrir o menu de contexto ao clicar com o botão direito na seleção. Atribuir os espectros selecionados.

8 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Histograma

O histograma apresenta o quanto homogênea é a distribuição dos valores de referência. Para isso, o histograma divide a faixa de valores de referência em 10 classes exatamente do mesmo tamanho.



No exemplo ilustrado, os 12 valores de referência inteiros de 3% até 14% são divididos em 10 classes. A primeira classe compreende os valores de referência 3% e 4%, a última classe compreende os valores de referência 13% e 14%. As outras 8 classes possuem, cada uma, somente 1 valor de referência.

O exemplo comprova que os espectros no conjunto de dados de calibração (azul) e no conjunto de dados de validação (verde) estão distribuídos uniformemente pela faixa dos valores de referência.

Outliers

Os espectros atribuídos ao conjunto de dados de outliers são exibidos em vermelho. Eles podem ser outliers espetrais ou outliers de valor de referência.

Os outliers devem ser examinados. Se um outlier se revelar como espectro válido com valor de referência válido, ele pode ser atribuído ao conjunto de dados de calibração ou ao conjunto de dados de validação.

5.3.2 Calcular o modelo de quantificação

Um primeiro modelo pode ser calculado sem parametrização. Por meio dele, é possível obter uma escala de comparação para as figuras de mérito. É possível avaliar melhor a influência de uma parametrização posterior.

i Se ruídos ou outros artefatos inutilizarem alguns comprimentos de onda, esses comprimentos de onda podem ser diretamente excluídos (ver "Parametrizar o modelo de quantificação", página 87).

Calcular o modelo

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo de quantificação está aberto e em primeiro plano.

1 Iniciar o cálculo

- Calcular o modelo ao clicar em **[Calcular]**.

i Se o botão **[Calcular]** estiver inativo, as seguintes causas podem estar presentes:

- O modelo já foi calculado e não houve alterações desde então.
- Um dos passos do processo contém uma entrada incorreta. No navegador, o passo do processo da área afetada é representado em **vermelho**. O campo com a entrada incorreta está delineado em vermelho.

5.3.3 Validar o modelo de quantificação

Definir o método de validação cruzada

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo de quantificação está aberto (ver "Criar modelo de quantificação", página 67).

1 Editar as propriedades do modelo

- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em 

- Sob **Propriedades** ▶ **Parâmetros** ▶ **Validação cruzada**, definir o método de validação cruzada:
 - Este processo é recomendado para listas de espectros com até 70 espectros **Leave-One-Out**.
 - Para listas de espectros maiores, o processo **K-fold** é recomendado. Quanto maior a **Número de blocos**, mais tempo demora o cálculo do modelo. Um valor típico para k é 5.

O **Algoritmo de distribuição** determina como os espectros serão divididos em blocos individuais no conjunto de dados de calibração. O algoritmo de distribuição **Random** seleciona os blocos aleatoriamente. O algoritmo de distribuição **Fixed Blocks (DUPLEX)** seleciona os blocos de maneira reproduzível.

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Validar o modelo de quantificação

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo de quantificação está aberto e em primeiro plano.
- O modelo de quantificação foi calculado (ver "Calcular o modelo de quantificação", página 79).

1 Alternar para o passo do processo Validação

- No navegador, alternar para o passo do processo Validação ao clicar em **Validar o modelo de quantificação**.

Os dados do modelo de quantificação calculado serão exibidos nas áreas **Figuras de mérito**, **Diagrama de correlação** e **Gráfico de influência**.

Clicando em  os diagramas **Gráfico de loading** e **Gráfico de scores** também podem ser exibidos.

2 Verificar as figuras de mérito

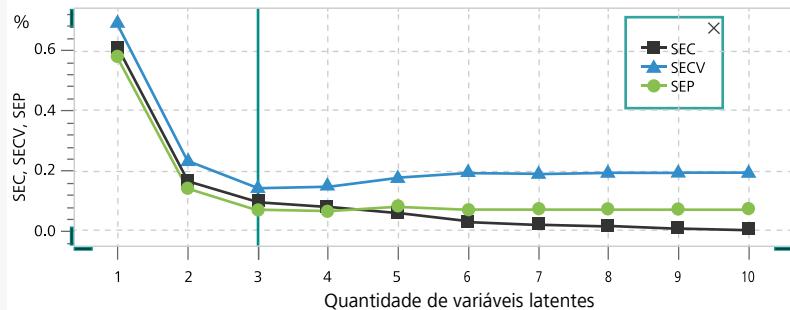
Na área **Figuras de mérito**, é apresentado um diagrama com as seguintes figuras de mérito:

- **SEC**: erro padrão da calibração.
- **SECV**: erro padrão da validação cruzada.

- **SEP**: erro padrão da predição. Na análise de amostras desconhecidas, esse número é o melhor valor estimado para o erro de previsão. O SEP é exibido somente se um conjunto de dados de validação estiver disponível.

As figuras de mérito (eixo y) são apresentadas para diferentes quantidades de variáveis latentes (eixo x).

Figuras de mérito



A linha vertical verde mostra o número atualmente selecionado de variáveis latentes. Na figura acima, foram selecionadas 3 variáveis latentes. Em 3 variáveis latentes, o SECV com 0.14 % alcançou um primeiro valor mínimo.

■ Número de casas decimais na tabela

Para alterar o número de casas decimais para as figuras de mérito, no passo do processo **Selecionar amostras** na área **Lista de espectros** clicar em

3 Determinar o número de variáveis latentes

O modelo de quantificação definitivo utiliza uma quantidade fixa de variáveis latentes. Para o bom desempenho do modelo de quantificação, é essencial encontrar a quantidade ideal de variáveis latentes.

Mais variáveis latentes explicam mais variações espectrais no conjunto de dados de calibração. Por outro lado, uma quantidade excessiva de variáveis latentes explica variações ou ruídos muito específicos levando a previsões pouco precisas em amostras desconhecidas. Isso é denominado **Adaptação excessiva**.

Menos variáveis latentes podem resultar em um modelo de quantificação mais confiável. Por outro lado, se a quantidade de variáveis latentes for pequena demais, algumas variações espectrais relevantes não serão registradas. Consequentemente, as previsões serão menos precisas. Isso é denominado **Adaptação insuficiente**.

- Selecionar temporariamente uma quantidade adequada de variáveis latentes. Para isso, clicar duas vezes na linha correspondente da tabela.

A quantidade de variáveis latentes selecionadas é identificada na tabela por .

Em caso de dúvida, selecionar a quantidade sugerida pelo OMNIS Software. Se o número de variáveis latentes selecionado for diferente do número sugerido pelo sistema, o número sugerido é indicado por .

4 Verificar o diagrama de correlação

O **Diagrama de correlação** mostra resumidamente uma avaliação do desempenho do modelo de quantificação. O diagrama representa a correlação entre os valores calculados (eixo x) e os valores de referência (eixo y). Cada ponto representa uma amostra.

O diagrama de correlação e as tabelas ao lado dele mostram, para cada amostra, os seguintes valores:

Valor de referência	Valor do parâmetro de referência
Valor calculado	Resultado do modelo de quantificação
Resíduo	Diferença entre o valor calculado e o valor de referência

Número de casas decimais na tabela

Para alterar o número de casas decimais para os valores acima,

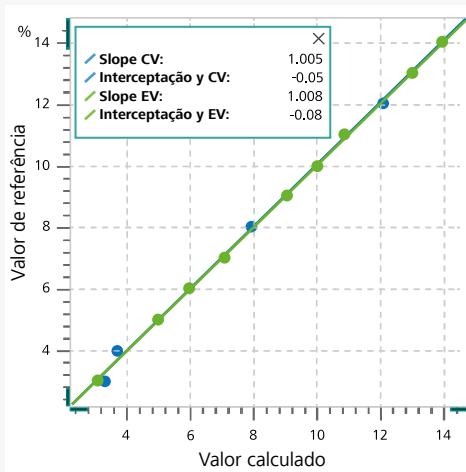
no passo do processo **Selecionar amostras** na área **Lista de**

espectros clicar em .

Os pontos azuis formam uma reta de regressão azul. Os pontos verdes formam uma reta de regressão verde.

A reta de regressão mostra a relação sistemática entre os valores calculados e os valores de referência. É ideal que a reta de regressão tenha um slope de 1 e uma interceptação de 0. Também é ideal que todas as amostras estejam diretamente nas linhas. Nestes casos, em todas as amostras o valor calculado corresponde ao valor de referência.

Diagrama de correlação



O diagrama de correlação mostra diferentes tipos de erros:

- **Erros sistêmicos** podem ser considerados desvios que a reta de regressão apresenta em relação às retas ideais ($\text{slope} = 1$, intercepção $y = 0$).
- **Erros de aleatoriedade**: quanto mais espalhados os pontos estiverem ao redor da reta de regressão, maiores são os erros de aleatoriedade.

Na figura, há vários pontos escondidos atrás de outros pontos. A reta de regressão azul está escondida atrás da reta de regressão verde.

- Na área **Figuras de mérito**, selecionar outra quantidade de variáveis latentes. Observar as alterações no diagrama de correlação.

Manuseio do diagrama

A exibição do diagrama pode ser personalizada e pontos únicos ou múltiplos podem ser selecionados ([ver capítulo 11.3, página 167](#)).

5 Verificar o gráfico de influência

O **Gráfico de influência** descreve as propriedades características dos espectros e ajuda a identificar outliers espectrais.

Um gráfico de influência pode ser exibido para o método de cálculo PLS ou PCA. Selecionar um método de cálculo da lista:

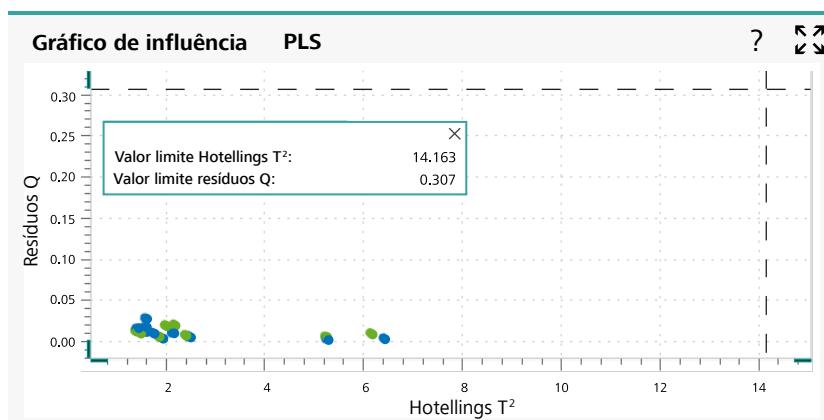
- **PLS** (regressão por mínimos quadrados parciais)
A PLS usa as informações relevantes dos espectros e os valores de referência. A PLS é a base do modelo de quantificação.
- **PCA** (análise de componentes principais)
A PCA extrai as informações relevantes dos espectros.

i Ambos os gráficos de influência PLS e PCA consideram os pré-tratamentos de dados definidos e as faixas de comprimento de onda (ver "Parametrizar o modelo de quantificação", página 87).

Os valores de referência influenciam o gráfico de influência PLS, mas não influenciam o gráfico de influência PCA. A única exceção é que cada ponto pode ser marcado como possível outlier devido a um valor de referência extremo.

A quantidade selecionada de variáveis latentes influencia o gráfico de influência PLS, mas não influencia o gráfico de influência PCA. No PCA, a quantidade de componentes principais é escolhida de forma que a variância declarada seja de pelo menos 95%.

Exemplo: gráfico de influência PLS dos espectros EtOH com base em 3 variáveis latentes



i **Manuseio do diagrama**

A exibição do diagrama pode ser personalizada e pontos únicos ou múltiplos podem ser selecionados (ver capítulo 11.3, página 167).

Cada ponto representa um espectro. Valores Hotelling T^2 e resíduos Q altos indicam possíveis outliers.

Espectros com altos valores para Hotellings T^2 indicam uma composição extrema das amostras afetadas. Essas amostras têm um grande impacto no modelo. Se o valor de referência de tal amostra estiver incorreto, a previsão de amostras semelhantes pode levar a resultados incorretos.

Espectros com altos resíduos Q exibem peculiaridades que não foram modeladas com sucesso. Por exemplo, porque componentes químicos incomuns estão presentes nas amostras afetadas.

i As linhas tracejadas mostram os valores críticos (valores limite) para o nível de significância definido.

A figura acima não mostra nenhum outlier possível. Todos os pontos estão claramente dentro das linhas tracejadas.

6 Verificar o gráfico de scores

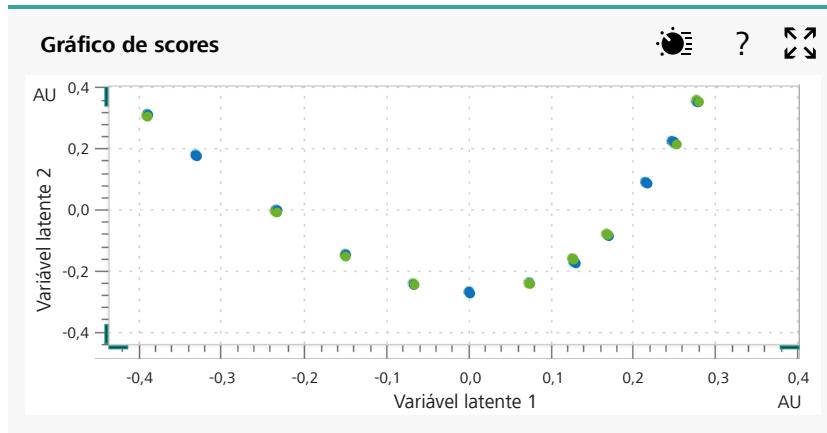
i Enquanto o valor Hotelling T^2 de um espectro resume os scores de todas as variáveis latentes em um único valor, o gráfico de scores permite uma análise ainda mais detalhada dos scores.

O gráfico de scores para modelos de quantificação é baseado no método de cálculo **PLS** e leva em consideração os pré-tratamentos de dados definidos e as faixas de comprimento de onda (ver "Parametrizar o modelo de quantificação", página 87).

Cada ponto representa um espectro. Os scores das duas primeiras variáveis latentes podem ser lidos no eixo x e no eixo y. Por meio

de  **Propriedades**, também é possível exibir todos os outros pares de variáveis latentes. Os scores são normalizados, cada variável latente recebe o mesmo peso.

Exemplo: gráfico de scores dos espectros EtOH para as variáveis latentes 1 e 2:



i Manuseio do diagrama

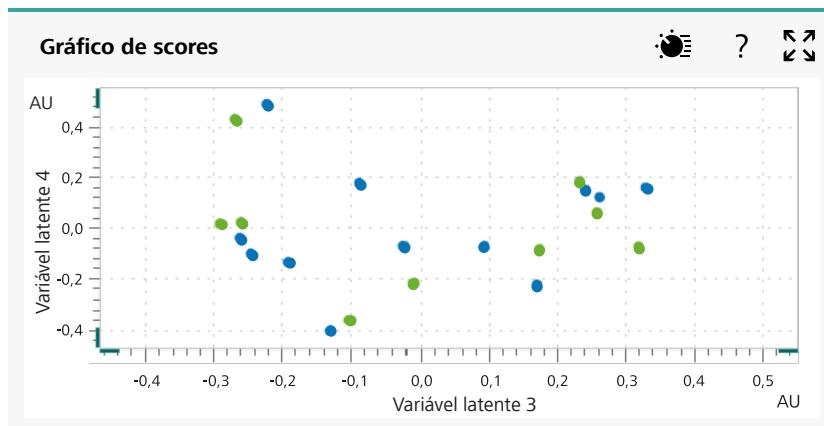
A exibição do diagrama pode ser personalizada e pontos únicos ou múltiplos podem ser selecionados (ver capítulo 11.3, página 167).

Os pontos estão concatenados como em um colar de pérolas. Isso se deve às distâncias regulares entre os valores de referência e à ausência de variações adicionais nas amostras. Neste caso, é possível

se perguntar se todas as amostras esperadas futuramente foram consideradas.

Com o maior número de variáveis latentes que explica a quantidade sempre menor de variância, esse efeito não é mais visível, conforme mostra a figura a seguir.

Exemplo: gráfico de scores dos espectros EtOH para as variáveis latentes 3 e 4:



Em ambas as figuras, o conjunto de dados de validação (pontos verdes) ocupa aproximadamente o mesmo espaço do que o conjunto de dados de calibração (pontos verdes) dentro das variáveis latentes. Não é possível reconhecer potenciais outliers.

7 Registrar ou excluir os outliers

- Verificar cuidadosamente os possíveis outliers.
- Se for atribuído outro conjunto de dados às amostras, atribuir todos em um passo:
 - No gráfico de influência, no diagrama de correlação ou no gráfico de scores, selecionar todos os novos pontos a serem atribuídos (*ver "Selecionar vários pontos ou curvas", página 169*).
 - Abrir o menu de contexto ao clicar com o botão direito em um dos pontos selecionados. Selecionar o conjunto de dados adequado.
 - Ao clicar em **[Calcular]**, calcular novamente o modelo de quantificação.
- Após a nova atribuição ao espectro, validar novamente o modelo de quantificação.

8 Salvar o modelo

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Duplicar o modelo de quantificação

O modelo de quantificação pode ser duplicado para acessar o estado atual, caso necessário:

1. Salvar o modelo de quantificação.
2. Em **Modelos** ▶ **Modelos de quantificação**, selecionar o modelo de quantificação.
3. Duplicar o modelo de quantificação selecionado ao clicar em .
4. Abrir o modelo de quantificação duplicado e continuar a otimização.

5.3.4 Parametrizar o modelo de quantificação

O passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação** possibilita uma otimização automática ou manual dos espectros. Os artefatos e não linearidades serão corrigidos. A execução correta aprimora a parametrização, a exatidão e a robustez do modelo.

A parametrização é aplicada a:

- todos os espectros no conjunto de dados de calibração
- todos os espectros no conjunto de dados de validação e no conjunto de dados de outliers

 Na previsão na área de trabalho **Amostras**, o espectro de uma amostra é registrado e avaliado com um modelo. A parametrização definida no modelo também é aplicada a este espectro.

Há disponíveis duas possibilidades de parametrização:

- Definir as faixas de comprimento de onda a serem utilizadas.
- Utilizar pré-tratamentos de dados para colocar os espectros em uma forma mais adequada.

Parametrização automática

Otimizar a parametrização

Pré-requisitos:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Passo do processo 'Parametrizar o modelo de quantificação'

- No navegador, clicar no passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação**.

2 Definir o pré-tratamento de dados e as faixas de comprimento de onda

- Na área **Sobreposição de espectros**, clicar no botão **[Otimizar a parametrização]**.

Aviso: Os pré-tratamentos de dados e faixas de comprimento de onda existentes são substituídos.

3 Parametrização manual (opcional)

- Se necessário, os pré-tratamentos de dados e as faixas de comprimento de onda podem continuar sendo processados manualmente.

Parametrização manual

A parametrização manual começa com um exame visual dos espectros no passo do processo **Selecionar amostras**.

Representar os espectros

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Passo do processo 'Selecionar amostras'

- No navegador, clicar no passo do processo **Selecionar amostras**.

Neste passo do processo, os espectros podem ser examinados simultaneamente em forma de uma tabela e em forma de curva.

2 Examinar os espectros

- Manuseio de tabelas (*ver capítulo 11.2, página 166*)
- Manuseio de diagramas (*ver capítulo 11.3, página 167*)

3 Passo do processo 'Parametrizar o modelo de quantificação'

- No navegador, clicar no passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação**.
- Na área **Pré-tratamentos de dados**, abrir a lista de seleção com  e selecionar a área **Gráfico de loading**.

Neste passo do processo, os espectros podem ser examinados simultaneamente em forma de curva e em **Gráfico de loading**. O Gráfico de loading mostra como as variáveis de comprimento de onda originais contribuem para compor cada variável latente.

Próximos passos

- Seleção de comprimento de onda manual (ver "Seleção de comprimento de onda manual", página 89)
- Definir o pré-tratamento de dado manualmente (ver "Definir o pré-tratamento de dado manualmente", página 92)

5.3.4.1 Seleção de comprimento de onda manual

Uma seleção de comprimento de onda pode aprimorar o modelo de quantificação. Exemplo: caso haja altos ruídos de valores de absorbância, as áreas com os comprimentos de onda afetados podem ser excluídas.

O modelo utiliza as faixas de comprimento de onda definidas. Se nenhuma faixa de comprimento de onda estiver definida, o modelo utiliza todos os comprimentos de onda.

Exibir os espectros e loadings

Pré-requisitos:

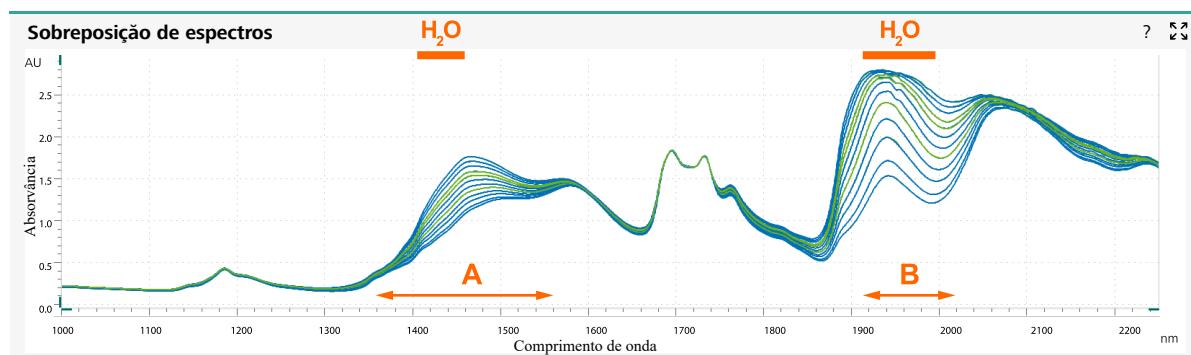
- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Passo do processo 'Parametrizar o modelo de quantificação'

- No navegador, clicar no passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação**.
- Exibir simultaneamente as áreas **Sobreposição de espectros**, **Gráfico de loading** e **Faixa de comprimento de onda**.

Sobreposição de espectros

As bandas de absorção de H_2O genéricas podem ser consultadas em um diagrama para servir como ponto de orientação aproximado. As bandas de absorção de H_2O se estendem de 1400 até 1450 nm e de 1900 até 1980 nm.

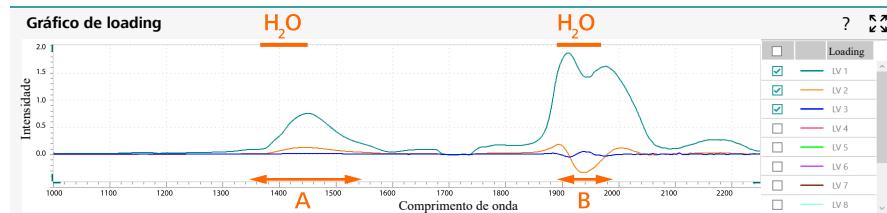


Os espectros EtOH apresentam variações claramente visíveis conforme os diferentes teores de H_2O das amostras (áreas **A** e **B**).

Porém, há uma diferença entre as 2 áreas. Ao contrário da área **B** (de 1900 até 2000 nm), a área **A** (de 1350 até 1550 nm) apresenta distâncias verticais regulares entre as linhas conforme as distâncias regulares dos valores de referência.

Gráfico de loading

Loadings mostram como as variáveis de comprimento de onda originais contribuem para compor cada variável latente.



As áreas já identificadas **A** (de 1350 até 1550 nm) e **B** (de 1900 até 2000 nm) apresentam os maiores loadings, principalmente para a variável latente 1 (verde). Portanto, essas são as áreas que mais contribuem para a formação da variável latente 1.

i É irrelevante se os loadings são positivos ou negativos.

Devido aos artefatos na área **B**, parece ser útil testar um modelo com base na área **A** (de 1350 até 1550 nm).

Definir as faixas de comprimento de onda

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar modelo de quantificação", página 67).
- O navegador está no passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação**.

1 Adicionar a faixa de comprimento de onda

- Na área **Faixa de comprimento de onda**, adicionar uma faixa de comprimento de onda ao clicar em



Uma faixa de comprimento de onda será adicionada. A faixa cobre primeiramente todos os comprimentos de onda.

2 Determinar a faixa de comprimento de onda

Determinar a faixa de comprimento de onda de uma das seguintes formas:

- Para determinar a faixa de comprimento de onda por meio da entrada de números, inserir **Comprimento inicial de onda** e **Comprimento final de onda** nos campos de introdução correspondentes.
- Para determinar a faixa de comprimento de onda no diagrama, proceder da seguinte forma:
 - Na área **Sobreposição de espectros**, clicar em **[Ativar o deslocamento]**.
 - Mover o cursor para a margem esquerda da área destacada até que o cursor seja exibido como .
 - Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a margem esquerda até a posição desejada.
 - Repetir o mesmo processo no lado direito da área destacada.
 - Para mover uma faixa de comprimento de onda, mover o cursor sobre a área até que o cursor seja exibido como .
 - Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a faixa para a esquerda ou para a direita.
 - Clicar em **[Desativar o deslocamento]**.

3 Adicionar outras faixas de comprimento de onda

Outras faixas de comprimento de onda podem ser adicionadas ao clicar em .

As faixas de comprimento de onda não devem se sobrepor

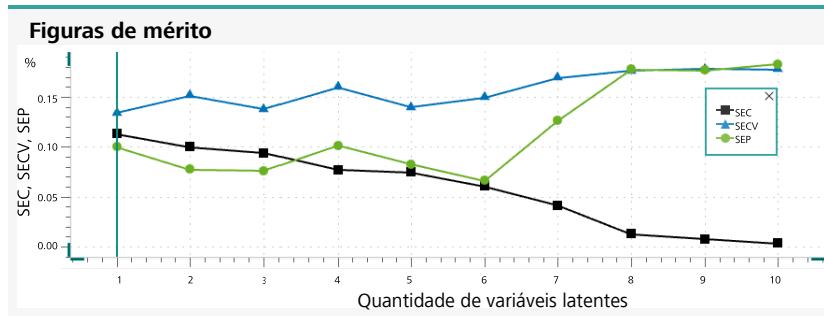
Primeiramente, uma nova faixa de comprimento de onda se sobrepõe às outras faixas de comprimento de onda existentes. Adaptar a faixa de comprimento de onda de modo que não haja mais sobreposições.

4 Calcular o modelo

- Calcular o modelo ao clicar em **[Calcular]**.

5 Validar o modelo

- No navegador, alternar para o passo do processo Validação ao clicar em **Validar o modelo de quantificação**.
- Validar o modelo. Comparar as figuras de mérito com o modelo criado anteriormente.



Para o teor de água em EtOH e uma faixa de comprimento de onda de 1350 até 1550 nm, parece ser suficiente uma única variável latente ao invés de 3 variáveis latentes ao utilizar a faixa de comprimento de onda completa. O SECV é semelhante em ambos os casos: 0,13% e 0,14%.

Uma variável ao invés de 3 variáveis é um aprimoramento significativo. Variâncias irrelevantes foram eliminadas com sucesso. O novo modelo com menos variáveis é presumivelmente mais robusto.

6 Salvar o modelo

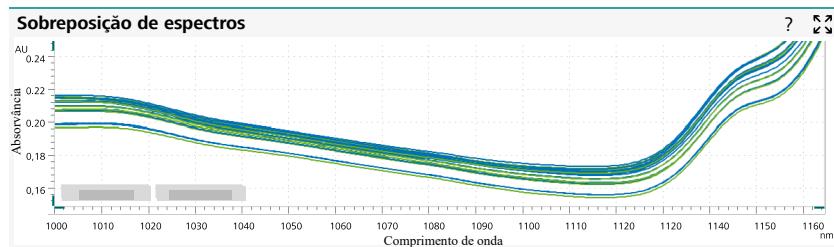
- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se a seleção de comprimento de onda recém-criada for levada em consideração na divisão do conjunto de dados ou na detecção de outliers, o conjunto de dados poderá ser dividido novamente.

5.3.4.2 Definir o pré-tratamento de dado manualmente

Um pré-tratamento de dados adequado pode aprimorar o modelo de quantificação. Exemplo: deslocamentos da linha de base não contêm informações relevantes para a maioria das aplicações e podem ser removidos.

Espectros EtOH



Em espectros EtOH, pequenos deslocamentos de linha de base entre os espectros são visíveis ao aumentar a faixa de 1000 até 1200 nm. Eles são deslocamentos de linha de base constantes (independentes do comprimento de onda).

i Os deslocamentos de linha de base são devidos à formação de bolhas de gás em uma amostra propositalmente não desgaseificada para fins de demonstração em uma cubeta de fluxo. Um líquido transparente geralmente não apresenta deslocamentos de linha de base dessa magnitude.

O deslocamento de linha de base pode ser corrigido com um pré-tratamento de dados.

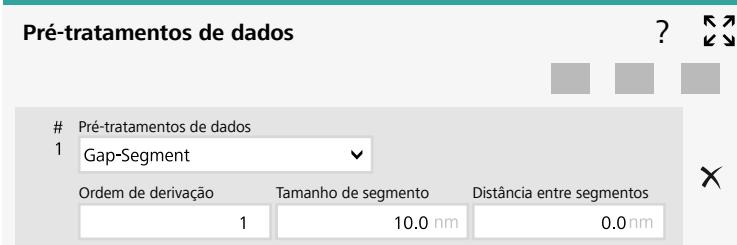
Definir o pré-tratamento de dado manualmente

Pré-requisitos:

- O navegador está no passo do processo **Parametrizar o modelo de quantificação**.

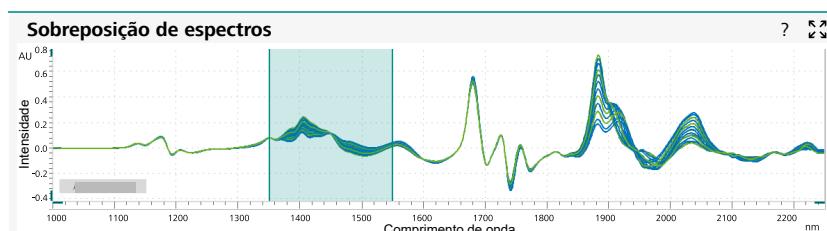
1 Adicionar o passo de pré-tratamento de dados

- Na área **Pré-tratamentos de dados**, adicionar um passo de pré-tratamento de dados ao clicar em .
- No campo **Pré-tratamento de dados**, selecionar o tipo de pré-tratamento de dados e preencher os campos correspondentes. Exemplo de Gap-Segment com uma derivada de primeira ordem que remove deslocamentos de linha de base constantes (independentes do comprimento de onda):



Os espectros pré-tratados são exibidos imediatamente na área **Sobreposição de espectros**.

Após o pré-tratamento de dados, os espectros têm outra aparência.



No caso de espectros EtOH, os deslocamentos de linha de base constantes são removidos.

2 Adicionar outros passos de pré-tratamentos de dados

Outros passos de pré-tratamentos de dados podem ser adicionados ao clicar em .

 Ao utilizar diversos passos de pré-tratamento de dados, a ordem pode ser decisiva. Gap-Segment ou Savitzky-Golay são utilizados preferencialmente em relação a SNV e SNV preferencialmente em relação a Detrend.

Ao clicar em  e , é possível deslocar linhas para cima ou para baixo para definir a ordem.

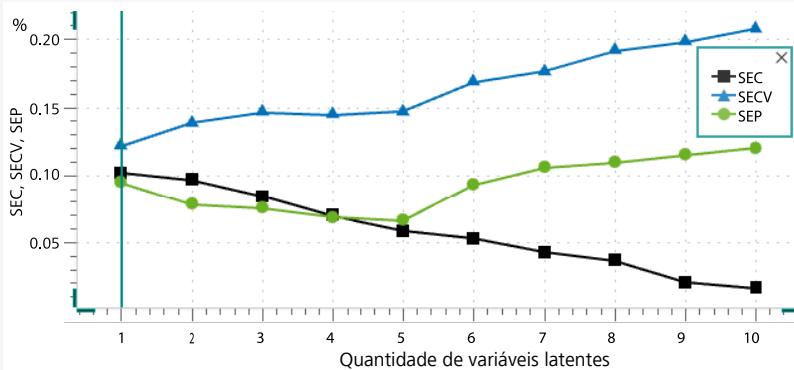
3 Calcular modelo

- Calcular o modelo ao clicar em **[Calcular]**.

4 Validar modelo

- No navegador de modelos, clicar em **Validar o modelo de quantificação** para alternar para o passo do processo Validação.
- Validar o modelo. Comparar as figuras de mérito com os modelos criados anteriormente.

Figuras de mérito



No caso de teor de H₂O em EtOH com uma faixa de comprimento de onda de 1350 até 1550 nm e um Gap-Segment com ordem de derivação 1, uma única variável latente ainda parece ser suficiente. O SECV foi minimamente aprimorado para 0,12%.

Como os deslocamentos de linha de base não contêm informações relevantes para esta aplicação, o pré-tratamento de dados pode ser mantido apesar do aprimoramento mínimo.

5 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

i Se for necessário considerar o novo pré-tratamento de dados criado na divisão do conjunto de dados ou na detecção de outliers, o conjunto de dados pode ser dividido novamente.

5.4 Publicar o modelo de quantificação

Para que um modelo possa ser utilizado em determinações, o modelo deve ser publicado. Isso permite continuar a desenvolver o modelo sem influenciar a versão publicada e as determinações executadas com ele.

Publicar o modelo de quantificação

Pré-requisito:

- O modelo foi calculado e salvo.
- O modelo está aberto.
- A quantidade desejada de variáveis latentes foi selecionada.

1 Abrir o diálogo

- Clicar em  para abrir o diálogo **Publicar o modelo de quantificação**.

i Se o modelo já tiver sido publicado e utilizado em métodos anteriormente, esses métodos podem ser automaticamente atualizados ao ativar a caixa de controle **Atualizar métodos**.

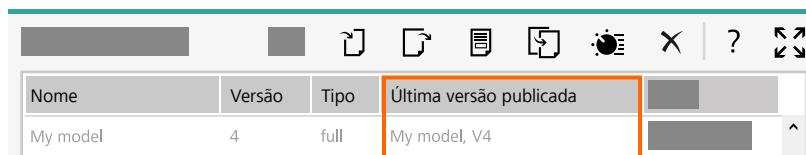
Aviso: não serão atualizados automaticamente:

- Métodos abertos
- Métodos assinados e publicados
- Se o filtro de permissões de dados estiver ativado: métodos sem permissões de dados do usuário que fez login atualmente

2 Publicar

- Ao clicar em **[Publicar]**, publicar o modelo.

Em **Modelos > Modelos de quantificação**, é exibida a última versão publicada:



Nome	Versão	Tipo	Última versão publicada
My model	4	full	My model, V4

O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada do modelo.

1 Visão geral de modelos

Se forem selecionados um ou mais modelos de quantificação, a visão geral de modelos exibe no lado direito os dados mais importantes em uma visão geral (no máximo 5 modelos diferentes).

Se a última versão salva não corresponder à última versão publicada, a visão geral de modelos exibe as duas versões.

5.5 Correção da interceptação do eixo y / slope

A **Correção da interceptação do eixo y / slope** permite a correção de erros sistêmicos na aplicação de um modelo de quantificação. O pré-requisito para isso é um modelo de quantificação robusto e confiável. Os erros devem ser estatisticamente significativos, mas não muito grandes.

1 Erros sistêmicos podem ser vistos no diagrama de correlação como desvios das retas de regressão em relação às retas ideais ($slope = 1$, interceptação $y = 0$).

Erros de aleatoriedade também podem ser vistos no diagrama de correlação. Quanto mais espalhados os pontos estiverem ao redor da reta de regressão, maiores são os erros de aleatoriedade. Os erros de aleatoriedade não podem ser corrigidos com a correção da interceptação do eixo y / slope.

Uma correção da interceptação do eixo y / slope é utilizada nos seguintes casos:

- Se um modelo de quantificação for revalidado ou monitorado com amostras de controle e for constatado que as figuras de mérito não correspondem mais aos requisitos, p. ex., devido a alterações no ambiente.
- Se um modelo de quantificação tiver sido criado com espectros XDS/DS importados (ver "Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)", página 179).

Há disponíveis 2 correções:

- **Viés:** corrige o viés – o desvio médio entre os valores de referência e os valores calculados das amostras.
Após a correção, o viés é igual a 0.
- **Correção da interceptação do eixo y / slope:** corrige o slope e a interceptação y das retas de regressão no diagrama de correlação.
Após a correção, o slope é igual a 1 (corresponde a uma reta de 45°) e a interceptação y é igual a 0.
Aviso: após uma correção da interceptação do eixo y / slope, o viés é igual a 0.

i A correção de viés e, principalmente a correção da interceptação do eixo y / slope, devem ser aplicadas com cuidado.

Se os erros não forem estatisticamente significantes, não se deve aplicar qualquer correção. Se os erros forem estatisticamente significantes, eles devem ser examinados profundamente. Se possível, a causa dos erros deve ser eliminada. Somente se os erros não puderem ser solucionados por uma razão justificável, poderá ser aplicada uma correção de viés ou uma correção da interceptação do eixo y / slope.

Observar o número de amostras:

- Para um valor estimado confiável do viés, são necessárias pelo menos 20 amostras.
- Para um valor estimado confiável do slope, são necessárias pelo menos 30 amostras.

Preparar as amostras

A correção da interceptação do eixo y / slope geralmente é realizada com amostras utilizadas para a revalidação do modelo de quantificação ou com amostras de controle utilizadas para o monitoramento do desempenho do modelo de quantificação.

- Montar as amostras em **Listas de amostras** ou **Resultados de busca**.
- Assegurar que toda amostra contenha o seguinte:
 - Um valor de referência para o parâmetro a ser corrigido.
 - Um espectro.
 - Um valor calculado para cada espectro.

Criar a correção da interceptação do eixo y / slope

i Se for necessário corrigir vários modelos de quantificação, criar uma correção da interceptação do eixo y /slope separada para cada modelo.

1 Criar uma nova correção da interceptação do eixo y / slope

- Em **Modelos** ▶ **Correções da interceptação do eixo y / inclinação**, clicar em .

2 Nomear a correção da interceptação do eixo y / slope

- Inserir um nome adequado no campo **Nome**, p. ex., o nome do modelo de quantificação a ser corrigido ou outro nome semelhante.

3 Selecionar as amostras

- Selecionar uma ou mais **Listas de amostras** ou **Resultados de busca** a partir das quais deverão ser utilizadas amostras para a criação da correção da interceptação do eixo y /slope.

Criar correção da interceptação do eixo y / slope

Nome		
<input checked="" type="radio"/> Listas de amostras		<input type="radio"/> Resultados de busca
Nome	Salvo	Modelo de quantificação, versão

4 Selecionar modelo de quantificação

A lista **Modelo de quantificação, versão** exibe todos os modelos de quantificação que podem ser corrigidos com as amostras selecionadas.

Nome	Salvo	Modelo de quantificação, versão

- Na lista **Modelo de quantificação, versão**, selecionar os modelos de quantificação a serem corrigidos.
- Clicar em **[Continuar]**.

5 Selecionar os parâmetros de referência

O campo **Parâmetro de referência / unidade do modelo de quantificação** mostra como o parâmetro de referência está nomeado no modelo de quantificação selecionado.

A lista **Parâmetros de referência** lista todos os parâmetros de referência disponíveis das amostras selecionadas.

Selecionar parâmetro de referência

Nome		
Parâmetro de referência / unidade do modelo de quantificação		
Parâmetro de referência Unidade		

- Nesta lista, selecionar o parâmetro de referência desejado.

1 Caso o parâmetro de referência desejado tenha várias denominações nas listas de amostras ou resultados de busca, podem ser selecionadas todas estas denominações.

6 Confirmar a entrada

- Clique em **[Criar]** para criar a nova correção da interceptação do eixo y / slope.

A correção será calculada com base nos valores de referência e nos valores calculados das amostras selecionadas.

Uma nova guia mostra a correção da interceptação do eixo y / slope. A área **Amostras** lista as amostras selecionadas.

Amostras					
	Nome da amostra	Nome da subamostra	Valor de referência	Valor calculado	Valor corrigido
1			3.00 %	3.22 %	3.28 %
2			3.00 %	3.22 %	3.28 %
3			4.00 %	3.87 %	3.00 %
4			4.00 %	3.87 %	3.00 %
5			5.00 %	4.93 %	4.94 %

7 Tipo da correção

Selecionar o tipo da correção **Viés** ou **Slope/Interceptação Y**.

Tipo da correção: Viés Slope / interceptação y

8 Marcar o outlier

- Para marcar o espectro como outlier, clicar no espectro com o botão direito na área **Amostras** e excluí-lo do cálculo com **Marcar a amostra como outlier**.

O símbolo  marca o espectro como outlier. O espectro será removido da área **Diagrama de correlação** e de todos os cálculos.

- Para não marcar mais o espectro como outlier, clicar novamente no espectro com o botão direito e em **Cancelar a marcação da amostra como outlier**.

O espectro será novamente marcado com . O espectro aparecerá novamente na área **Diagrama de correlação** e será incluído em todos os cálculos.

i Com o auxílio das teclas **[CTRL]** ou **[SHIFT]**, é possível selecionar vários espectros e depois alterar todos eles simultaneamente.

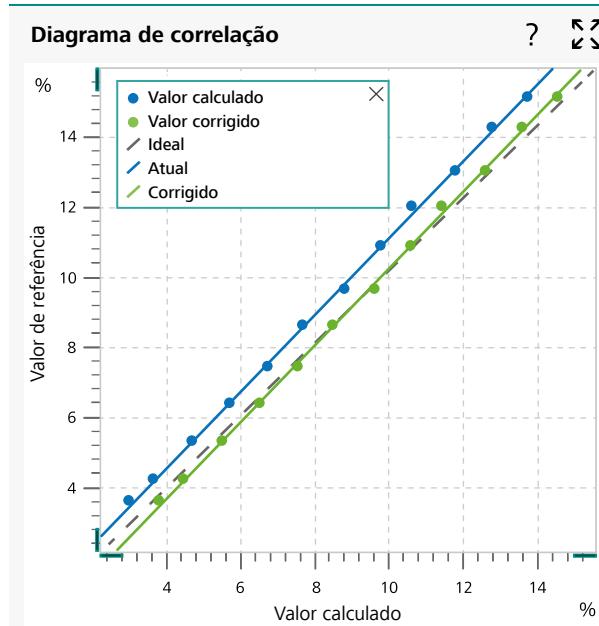
Para remover um espectro da seleção, clicar no espectro com a tecla **[CTRL]** pressionada.

9 Diagrama de correlação

Para cada espectro, a área **Diagrama de correlação** mostra 2 pontos com o mesmo valor de referência no eixo y, mas diferentes valores no eixo x:

- O ponto azul mostra no eixo x o **valor calculado** previsto do modelo de quantificação.
 - Posicionar o cursor sobre um ponto para mostrar seu resíduo, ou seja, a diferença entre o valor calculado e o valor de referência.
- O ponto verde mostra no eixo x o **valor corrigido**. O valor corrigido depende do tipo da correção (viés ou slope / interceptação y).
 - Posicionar o cursor sobre um ponto para mostrar seu resíduo, ou seja, a diferença entre o valor corrigido e o valor de referência.

Diagrama de correlação para uma correção de viés

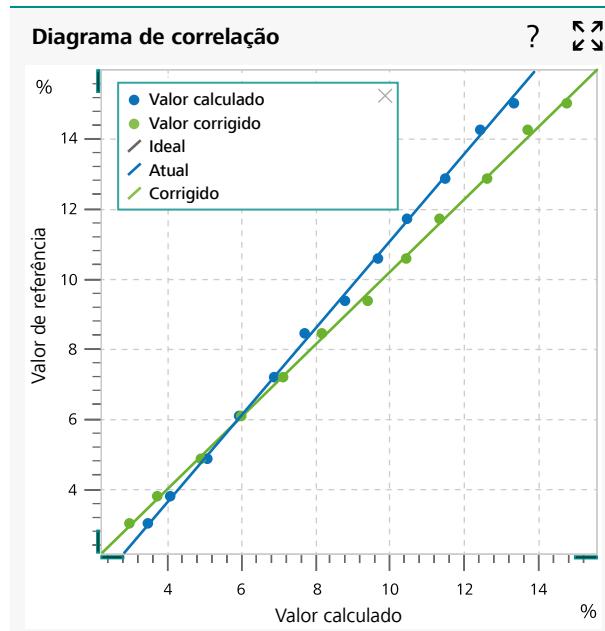


Os valores calculados (pontos azuis) serão corrigidos ao redor do viés. A reta de regressão corrigida (verde) corta a reta ideal tracejada em 45°, de modo a resultar em um viés de 0.

O exemplo no diagrama de correlação acima resulta em um aprimoramento do SEP de 0,82 para 0,24.

i Para um valor estimado confiável do viés, são necessárias pelo menos 20 amostras.

Diagrama de correlação para uma correção da interceptação do eixo y / slope



Os valores calculados (pontos azuis) serão corrigidos ao redor do slope e da interceptação y. Os valores corrigidos (pontos verdes) têm uma reta de regressão ideal (45°, interceptação y 0).

O exemplo no diagrama de correlação acima resulta em um aprimoramento do SEP de 0,86 para 0,12.

i Para um valor estimado confiável do slope, são necessárias pelo menos 30 amostras.

10 Valores de correção

Na área **Valores de correção** são exibidos em uma tabela o SEP, o slope e a interceptação y, respectivamente sem correção, com correção de viés e com correção da interceptação do eixo y slope:

- **SEP** informa o erro padrão da predição.
- O coeficiente **Slope** e o **Interceptação Y** convertem os valores calculados (pontos azuis) nos valores corrigidos (pontos verdes):

$$\text{Valor corrigido} = \text{valor calculado} \times \text{slope} + \text{interceptação y}$$

Valores de correção		?	⤒⤓
	SEP	Slope	Interceptação y
Sem correção	0.86	1.000	0.00
Correção de viés	0.71	1.000	0.53
Correção da interceptação do eixo y / slope	0.12	1.193	-1.11

1 2

1 A tabela contém os seguintes dados dos valores calculados (pontos azuis):

- O slope da reta de regressão **(1)**.
- A interceptação y da reta de regressão **(2)**.
- O viés da reta de regressão **(3)**.

11 Publicar a correção da interceptação do eixo y / slope

- Verificar novamente se o tipo da correção correto (viés ou slope / interceptação y) foi selecionado.
- Ao clicar em , abrir o diálogo **Publicar a correção da interceptação do eixo y / slope**.
- Clicando em **[Publicar e fechar]**, publicar a correção da interceptação do eixo y / slope.

A correção da interceptação do eixo y / slope é publicada e, ao mesmo tempo, salva. A guia é fechada e a correção da interceptação do eixo y / slope é exibida na lista de visão geral.

1 Uma correção da interceptação do eixo y / slope publicada não pode mais ser aberta e nem editada posteriormente.

O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada da correção da interceptação do eixo y / slope.

6 Modelo de identificação

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo (*ver "Desenvolvimento de um modelo", página 186*).

Um modelo de identificação fornece de acordo com cada uso:

- Uma **identificação** de uma amostra desconhecida (p. ex., frutose). O resultado é um nome do produto.
- Uma **verificação** do pertencimento de produto (p. ex. frutose) de uma amostra. O resultado é sim/não – verificação bem-sucedida ou fracassada.

6.1 Criar o modelo de identificação

Criar o modelo de identificação

Pré-requisito:

- Um conjunto de dados com espectros e nomes de produto foi criado (*ver "Registrar os espectros", página 61*).

1 Criar e nomear um modelo de identificação

- Em **Modelos** ▶ **Modelos de identificação**, clicar em . Um novo modelo de identificação é exibido em uma nova guia.
- Inserir um nome adequado no campo de introdução **Nome do modelo de identificação**.

2 Selecionar as amostras

- Exibir todas as listas de amostras ao clicar em **Listas de amostras**.
- Selecionar todas as listas de amostras preparadas.

Criar modelo de identificação

Nome do modelo de identificação

Listas de amostras

Resultados de busca

Importação XDS/DS

Nome	Salvo	Produto	Quantidade de espectros

i As amostras também podem ser selecionadas por um resultado de busca. Além disso podem ser importadas amostras de equipamentos XDS e DS (ver "Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)", página 179).

i A seleção de amostras pode ser adaptada posteriormente.

A seleção deve conter amostras com um parâmetro de produto. A coluna **Produto** lista os produtos contidos.

3 Criar o modelo de identificação

- Clicar em **[Criar]**.
- Salvar o modelo: clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

6.2 Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados

A guia do modelo de identificação mostra na parte superior uma barra de navegação horizontal, o **navegador**. O navegador orienta nos passos seguintes do desenvolvimento de modelo.



Selecionar amostras

Parametrizar o modelo de identificação

Validar o modelo de identificação

i Apresentação de espectros

Nos 3 passos do processo, os espectros individuais são exibidos na forma de curvas, pontos ou linhas de tabela.

Os espectros selecionados são destacados simultaneamente em todas as apresentações e passos do processo.

Tabelas e diagramas

O manuseio de tabelas e diagramas é descrito no anexo:

- Manuseio de tabelas ([ver capítulo 11.2, página 166](#))
- Manuseio de diagramas ([ver capítulo 11.3, página 167](#))

Passo do processo 'Selecionar amostras'

A área **Lista de produtos** mostra os produtos das amostras selecionadas:

Lista de produtos		
	Produto	Quantidade de espectros
■		
■		
■		
■		

Cada produto é identificado por uma cor de produto. Ao clicar em uma cor de produto, é possível selecionar outra cor.

Assim que for selecionado pelo menos um produto na lista de produtos, a área **Lista de espectros** exibirá todos os espectros dos produtos selecionados:

Lista de espectros				
	Nome da amostra	Nome da subamostra	Fonte	Produto
1				
2				
3				
4				
5				

Um campo de introdução exibe cada um dos produtos pertencentes à amostra (marcados em laranja na imagem).

Os ícones a seguir simbolizam a atribuição aos conjuntos de dados:



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de calibração.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de validação.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de outliers.



Exibe dados em falta ou inválidos. Consultar a tooltip.

Os espectros na área **Lista de espectros** também aparecem na área **Sobreposição de espectros** e são exibidos da seguinte forma:



- Espectros no conjunto de dados de calibração em **azul**, espectros no conjunto de dados de validação em **verde** e espectros no conjunto de dados de outliers em **vermelho**.
- Se o seletor **Exibir cores de produto** estiver ativado, os espectros são exibidos nas respectivas cores de produto.

O passo do processo **Selecionar amostras** permite fazer o seguinte:

- **Adaptar a seleção de amostras**
Adicionar mais espectros ou excluir espectros.
- **Dividir o conjunto de dados**
Divisão do conjunto de dados automática ou manual:
 - **Conjunto de dados de calibração**: o modelo será calculado novamente com os espectros e pertencimentos de produto do conjunto de dados de calibração.
 - **Conjunto de dados de validação**: os espectros e pertencimentos de produto do conjunto de dados de validação servem exclusivamente para a validação do modelo.
 - **Conjunto de dados de outliers**: o conjunto de dados de outliers não influencia o modelo ou a validação dele. Os outliers são apresentados somente por motivos informativos em algumas tabelas.

1 Um modelo pode ser desenvolvido sem conjunto de dados de validação, p. ex., quando estiver disponível apenas uma quantidade limitada de amostras em uma primeira fase ou quando a validação for efetuada exclusivamente com um conjunto de dados externo.

Adaptar a seleção de amostras

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano ([ver "Criar o modelo de identificação", página 103](#)).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Adicionar ou excluir os espectros

A seleção de amostra e o pertencimento aos produtos podem ser adaptados a qualquer momento na área **Lista de espectros**:

- Para selecionar as amostras cujos espectros devem ser adicionados à lista de espectros, clicar em .
- Para remover espectros da lista de espectros, selecionar os espectros e clicar em .

Aviso: as respectivas amostras, inclusive os espectros, permanecem no banco de dados.

2 Alterar pertencimento ao produto

- Selecionar todos os espectros aos quais deve ser atribuído outro produto.
- Clicar com o botão direito nos espectros selecionados e selecionar **Atribuir produto** no menu de contexto.

É exibida uma janela de entrada:

- Clicar no campo **Novo produto**. Selecionar um produto existente ou inserir um novo nome do produto.
- Ao clicar em **[Atribuir]**, o produto é atribuído ao espectro selecionado.

3 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Dividir o conjunto de dados automaticamente

A detecção de outliers possibilita a criação automática de um conjunto de dados de outliers. Os espectros que permanecerem podem ser divididos automaticamente em um conjunto de dados de calibração ou um conjunto de dados de validação.

Se tiverem sido coletadas amostras separadas para calibração e para validação, as amostras podem ser atribuídas manualmente.

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar o modelo de identificação", página 103).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Acessar a divisão do conjunto de dados

- Na área **Lista de espectros**, clicar em .

É aberto o diálogo **Divisão do conjunto de dados**.

2 Determinar o conjunto de dados de outliers

- Para atribuir espectros automaticamente ao conjunto de dados de outliers, ativar o seletor **Determinar outliers**. A detecção de outliers automática reconhece outliers espectrais com base em desvios nos espectros.
 - Caso necessário, adaptar **Nível de significância**. Quanto maior for o nível de significância, mais outliers espectrais serão reconhecidos. Valores típicos são 5% ou 1%.

3 Determinar o conjunto de dados de validação

Na divisão automática ocorre uma verificação para que o conjunto de dados de calibração e o conjunto de dados de validação sejam representativos em relação à totalidade do material e independentes um do outro.

- Para atribuir espectros automaticamente ao conjunto de dados de validação, ativar o seletor **Determinar conjunto de dados de validação**.
 - No campo **Percentual**, definir a porcentagem de espectros para o conjunto de dados de validação, p. ex. entre 20% e 30%.

4 Definir as opções

Definir opções para a divisão do conjunto de dados:

- **Aplicar a parametrização**: aplicar o pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda aos espectros (*ver "Parametrizar o modelo de identificação", página 115*).
- **Aviso**: alterações posteriores na parametrização não têm qualquer efeito sobre a atribuição de conjuntos de dados. A não ser que o conjunto de dados seja dividido novamente.
- **Manter outliers**: manter outliers existentes e não considerar na divisão. Esta opção pode levar a um aumento do conjunto de dados de outliers, mesmo sem alterar **Nível de significância**.
- **Manter conjunto de dados de validação**: manter os espectros existentes no conjunto de dados de validação e ignorá-los durante a divisão. Esta opção leva a um aumento do conjunto de dados de validação, mesmo sem alterar **Percentual**.

5 Iniciar a divisão automática

- Clicar em **[Dividir]**.

O conjunto de dados será dividido conforme as configurações realizadas.

6 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Gráfico de influência e gráfico de scores

Após a divisão automática do conjunto de dados, os diagramas gráfico de influência e gráfico de scores estão disponíveis:

- No passo do processo **Selecionar amostras** clicar em uma das áreas  e selecionar o diagrama **Gráfico de influência** ou **Gráfico de scores**.

O gráfico de influência e o gráfico de scores são baseados no método de cálculo **PCA** (análise de componentes principais). A quantidade de componentes principais é escolhida de forma que a variância declarada seja de pelo menos 95%.

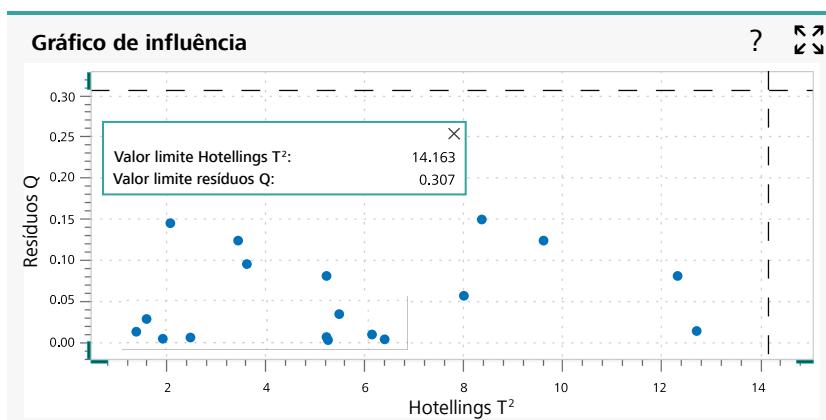
Os espectros na seguinte forma servem como ponto de partida para PCA:

- Espectros sem pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda, se a opção **Aplicar a parametrização** foi desativada durante a divisão automática do conjunto de dados.
- Espectros com pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda, se a opção **Aplicar a parametrização** foi ativada durante a divisão automática do conjunto de dados.

Aviso se a opção estiver ativada: se a parametrização for alterada, o gráfico de influência e o gráfico de scores só estarão disponíveis após uma nova divisão automática do conjunto de dados.

Gráfico de influência

O **Gráfico de influência** descreve as propriedades características dos espectros e ajuda a identificar outliers.



Manuseio do diagrama

A exibição do diagrama pode ser personalizada e pontos únicos ou múltiplos podem ser selecionados ([ver capítulo 11.3, página 167](#)).

Cada ponto representa um espectro. Valores Hotelling T^2 e resíduos Q altos indicam possíveis outliers.

Espectros com altos valores para Hotellings T^2 indicam uma composição extrema das amostras afetadas.

Espectros com altos resíduos Q indicam componentes químicos incomuns nas amostras afetadas.

i As linhas tracejadas mostram os valores críticos (valores limite) para o nível de significância definido. Se nenhuma detecção de outliers foi realizada durante a divisão automática do conjunto de dados, o nível de significância é de 5%.

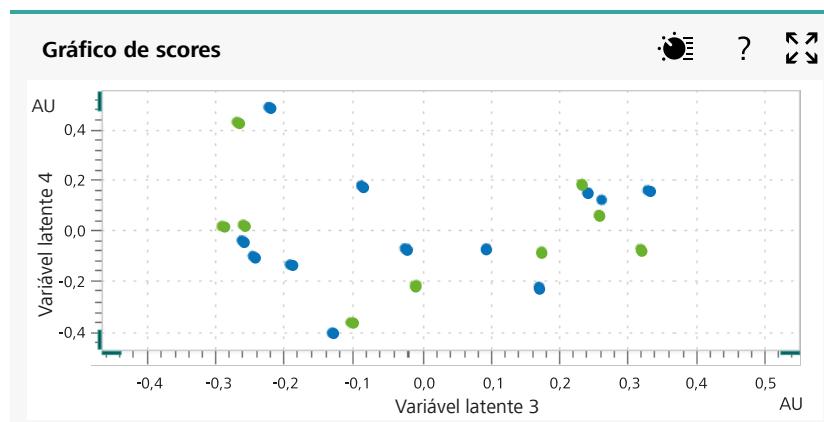
A figura acima não mostra nenhum outlier possível. Todos os pontos estão dentro das linhas tracejadas.

Gráfico de scores

i Enquanto o valor Hotelling T^2 de um espectro resume os scores de todos os componentes principais em um único valor, o gráfico de scores permite uma análise ainda mais detalhada dos scores.

Cada ponto representa um espectro no gráfico de scores. Os scores para os dois primeiros componentes principais podem ser lidos no eixo x e no eixo y. Os scores são normalizados, cada componente principal recebe o mesmo peso.

Por meio de  **Propriedades**, também é possível exibir todos os outros pares de componentes principais.



Dividir o conjunto de dados manualmente (opcional)

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar o modelo de identificação", página 103).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

i Se uma divisão automática do conjunto de dados for executada antes da divisão manual, **Gráfico de influência** e **Gráfico de scores** estarão disponíveis.

1 Atribuir os espectros novamente

- Selecionar os espectros em uma das áreas.
Exemplo de seleção no gráfico de influência:
 - Abrir a área **Gráfico de influência**.
 - Selecionar um ou vários pontos no gráfico de influência (ver "[Selecionar vários pontos ou curvas](#)", [página 169](#)).
 - Abrir o menu de contexto clicando com o botão direito em um dos pontos selecionados. Atribuir os espectros a um conjunto de dados:

↳ **Registro de dados de calibração**

↳ **Registro de dados de validação**

↳ **Registro de dados de outliers**

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

6.3 Calcular o modelo de identificação

Um primeiro modelo pode ser calculado sem parametrização. Por meio dele, é possível obter uma escala de comparação para os resultados de validação. É possível avaliar melhor a influência de uma parametrização posterior.

i Se ruídos ou outros artefatos inutilizarem alguns comprimentos de onda, esses comprimentos de onda podem ser diretamente excluídos (ver "[Parametrizar o modelo de identificação](#)", [página 115](#)).

Calcular o modelo

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo de identificação está aberto e em primeiro plano.

1 Iniciar o cálculo

- Calcular o modelo ao clicar em **[Calcular]**.

- i** Se o botão **[Calcular]** estiver inativo, as seguintes causas podem estar presentes:
- O modelo já foi calculado e não houve alterações desde então.
 - Um dos passos do processo contém uma entrada incorreta. No navegador, o passo do processo da área afetada é representado em **vermelho**. O campo com a entrada incorreta está delineado em vermelho.

6.4 Validar o modelo de identificação

O passo do processo **Validar o modelo de identificação** possibilita uma validação com as seguintes amostras:

- **Amostras no conjunto de dados de calibração**
Essas amostras foram utilizadas para a criação do modelo. Portanto, uma classificação correta pelo modelo é mais simples do que em outras amostras.
- **Amostras no conjunto de dados de validação (se disponível)**
Essas amostras são independentes do modelo. Seus resultados de validação estão em uma escala melhor para a identificação de amostras desconhecidas.

i A seguir, sempre que for mencionado o termo **Produto**, o texto também pode se referir a um **Grupo de produto**. Grupos de produtos englobam vários produtos e são utilizados em hierarquias de modelos (*ver capítulo 8, página 139*).

Identificação de uma amostra

O modelo atribui uma probabilidade à amostra para cada produto.

i As probabilidades são mutuamente independentes. Os valores somados não resultam em 100%.
Os valores devem ser vistos em relação uns aos outros, o que permite uma comparação dos diferentes produtos.

A avaliação é realizada com a ajuda de um **limiar de probabilidade** e com qualificações para produtos individuais:

1. Para cada produto cuja probabilidade está acima do limiar de probabilidade, é realizada uma qualificação da amostra usando o modelo de qualificação correspondente. Se a qualificação falhar, a probabilidade do produto correspondente será definida como zero.

2. Avaliação com as probabilidades modificadas do passo 1:
- Se nenhuma probabilidade estiver acima do limiar de probabilidade, a identificação falhará (status de identificação **Não identificado**).
 - Se uma única probabilidade estiver acima do limiar de probabilidade, a amostra será identificada com sucesso e atribuída ao produto correspondente (status de identificação **Identificado**).
 - Se várias probabilidades estiverem acima do limiar de probabilidade, a previsão será ambígua e a identificação falhou (status de identificação **Ambíguo**).

Resultado de validação de uma amostra

O OMNIS Software compara o produto determinado pelo modelo com o produto esperado. A partir disso, obtém-se o resultado de validação:

- Com êxito:** a identificação foi bem-sucedida e corresponde ao produto esperado.
- Falhou:** nenhuma correspondência, nenhuma identificação ou identificação ambígua.

Área Visão geral de validação

A área **Visão geral de validação** resume os resultados para as amostras do conjunto de dados de calibração e para o conjunto de dados de validação (se disponível).

À esquerda há uma visão geral de todas as amostras de calibração e amostras de validação:

Total	
Bem-sucedido %	Amostras classificadas corretamente em %
Bem-sucedido	Quantidade de amostras classificadas corretamente
Falhou	Quantidade de amostras classificadas incorretamente
Número de espectros	Número de espectros no conjunto de dados de calibração e no conjunto de dados de validação

À direita há uma visão geral dos produtos individuais e grupos de produtos:

Produto / Grupo de produto	Falhou	Bem-sucedido	Bem-sucedido %
Produto A	Quantidade de amostras do produto A que não foram classificadas como produto A	Quantidade de amostras do produto A classificadas corretamente	Amostras do produto A classificadas corretamente em %
Produto B	Quantidade de amostras do produto B que não foram classificadas como produto B	Quantidade de amostras do produto B classificadas corretamente	Amostras do produto B classificadas corretamente em %
Grupo de produto C	Quantidade de amostras do grupo de produto C que não foram classificadas como grupo de produto C	Quantidade de amostras do grupo de produto C classificadas corretamente	Amostras do grupo de produto C classificadas corretamente em %

Área Resultados de validação

A área **Resultados de validação** mostra os resultados mais detalhados de cada amostra. São exibidas as amostras de todos os produtos selecionados na área **Visão geral de validação**.

i Para cada amostra, os produtos cujas probabilidades originais estão acima do limiar de probabilidade são exibidos. Se uma probabilidade de 0,0% for exibida, a qualificação para o produto correspondente falhou.

Manusear e copiar os dados

- Manuseio de tabelas (*ver capítulo 11.2, página 166*)

Otimizar o modelo de identificação

As seguintes medidas podem ajudar a aprimorar o modelo de identificação.

1 Adaptar o limiar de probabilidade

- Se muitas previsões forem ambíguas ou ocorrerem muitas probabilidades de 0,0%, o limiar de probabilidade pode ser aumentado.
- Se muitas amostras não forem identificadas porque o limiar de probabilidade não foi atingido, o limiar de probabilidade pode ser reduzido.

- Para adaptar o Limiar de probabilidade, execute os seguintes passos:
 - Clicar em  para abrir as propriedades do modelo de identificação.
 - Na lista de seleção, selecionar **Parâmetros**.
 - Adaptar **Limiar de probabilidade**. O valor padrão é 80%.
 - Calcular e validar novamente o modelo de identificação.

2 Adaptar parametrização

- Adaptar pré-tratamento de dados (*ver "Pré-tratamento de dados", página 119*).
- Adaptar faixas de comprimento de onda (*ver "Seleção de comprimento de onda", página 117*).

3 Desenvolver Hierarquia de modelos

Uma **Hierarquia de modelos** possibilita uma estruturação hierárquica de modelos de identificação e a análise quantitativa de amostras identificadas (*ver capítulo 8, página 139*).

6.5 Parametrizar o modelo de identificação

O passo do processo **Parametrizar o modelo de identificação** possibilita a otimização dos espectros. Os artefatos e não linearidades serão corrigidos. A execução correta aprimora a parametrização, a exatidão e a robustez do modelo.

A parametrização é aplicada a:

- todos os espectros no conjunto de dados de calibração
- todos os espectros no conjunto de dados de validação e no conjunto de dados de outliers

 Na previsão na área de trabalho **Amostras**, o espectro de uma amostra é registrado e avaliado com um modelo. A parametrização definida no modelo também é aplicada a este espectro.

Há disponíveis duas possibilidades de parametrização:

- Definir as faixas de comprimento de onda a serem utilizadas.
- Utilizar pré-tratamentos de dados para colocar os espectros em uma forma mais adequada.

O exame visual dos espectros começa no passo do processo **Selecionar amostras**.

Representar os espectros

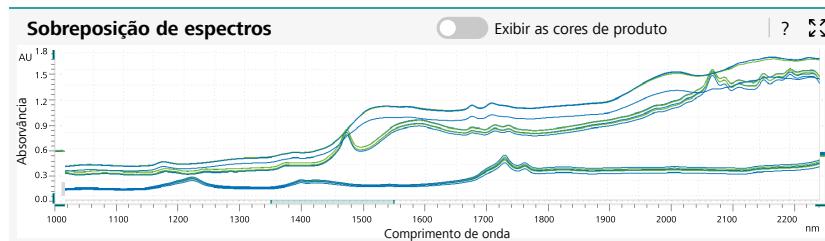
Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Seleção dos espectros a serem examinados

- No passo do processo **Selecionar amostras**, na área **Lista de produtos**, selecionar todos os produtos cujos espectros devam ser exibidos.

A área **Sobreposição de espectros** exibe os espectros dos produtos selecionados.



A imagem exibe espectros de 3 diferentes produtos. Os espectros de diferentes produtos podem ser visualmente bem distintos ou difíceis de diferenciar.

Os espectros são apresentados da seguinte forma:

- Espectros no conjunto de dados de calibração em **azul**, espectros no conjunto de dados de validação em **verde** e espectros no conjunto de dados de outliers em **vermelho**.
- Se o seletor **Exibir cores de produto** estiver ativado, os espectros são exibidos nas respectivas cores de produto.

2 Examinar os espectros

- Manuseio de tabelas ([ver capítulo 11.2, página 166](#))
- Manuseio de diagramas ([ver capítulo 11.3, página 167](#))

Próximos passos

- Seleção de comprimento de onda ([ver "Seleção de comprimento de onda", página 117](#))
- Definir o pré-tratamento de dados ([ver "Pré-tratamento de dados", página 119](#))

6.5.1 Seleção de comprimento de onda

Uma seleção de comprimento de onda pode aprimorar o modelo de identificação. Exemplo: caso haja altos ruídos de valores de absorbância, as áreas com os comprimentos de onda afetados podem ser excluídas.

O modelo utiliza as faixas de comprimento de onda definidas. Se nenhuma faixa de comprimento de onda estiver definida, o modelo utiliza todos os comprimentos de onda.

Definir as faixas de comprimento de onda

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Seleção dos espectros a serem apresentados

- No passo do processo **Selecionar amostras**, na área **Lista de produtos**, selecionar todos os produtos cujos espectros devam ser exibidos.

2 Alternar para o passo do processo 'Parametrizar o modelo de identificação'

- No navegador, clicar em **Parametrizar o modelo de identificação**.

3 Adicionar a faixa de comprimento de onda

- Na área **Faixa de comprimento de onda**, adicionar uma faixa de comprimento de onda ao clicar em .

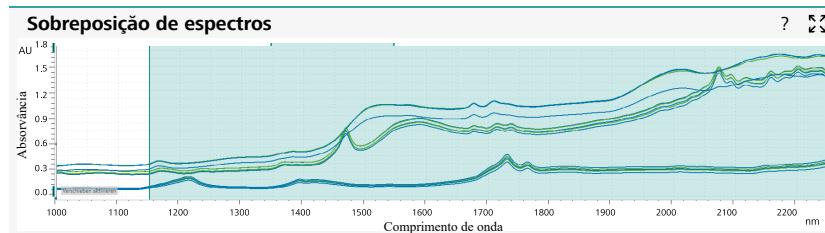


Uma faixa de comprimento de onda será adicionada. A faixa cobre primeiramente todos os comprimentos de onda.

4 Determinar a faixa de comprimento de onda

Determinar a faixa de comprimento de onda de uma das seguintes formas:

- Para determinar a faixa de comprimento de onda por meio da entrada de números, inserir **Comprimento inicial de onda** e **Comprimento final de onda** nos campos de introdução correspondentes.
- Para determinar a faixa de comprimento de onda no diagrama, proceder da seguinte forma:
 - Na área **Sobreposição de espectros**, clicar em **[Ativar o deslocamento]**.
 - Mover o cursor para a margem esquerda da área destacada até que o cursor seja exibido como .
 - Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a margem esquerda até a posição desejada.
 - Repetir o mesmo processo no lado direito da área destacada.
 - Para mover uma faixa de comprimento de onda, mover o cursor sobre a área até que o cursor seja exibido como .
 - Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a faixa para a esquerda ou para a direita.
 - Clicar em **[Desativar o deslocamento]**.



Na imagem, está definida uma faixa de comprimento de onda de 1150 até 2250 nm. Essa faixa será utilizada pelo modelo.

5 Adicionar outras faixas de comprimento de onda

Outras faixas de comprimento de onda podem ser adicionadas ao clicar em .

As faixas de comprimento de onda não devem se sobrepor

Primeiramente, uma nova faixa de comprimento de onda se sobrepõe às outras faixas de comprimento de onda existentes. Adaptar a faixa de comprimento de onda de modo que não haja mais sobreposições.

6 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

i Se a seleção de comprimento de onda recém-criada for levada em consideração na divisão do conjunto de dados ou na detecção de outliers, o conjunto de dados poderá ser dividido novamente.

6.5.2 Pré-tratamento de dados

Um pré-tratamento de dados adequado pode aprimorar o modelo de identificação. Exemplo: deslocamentos da linha de base não contêm informações relevantes para a maioria das aplicações e podem ser removidos.

Definir o pré-tratamento de dados

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Seleção dos espectros a serem apresentados

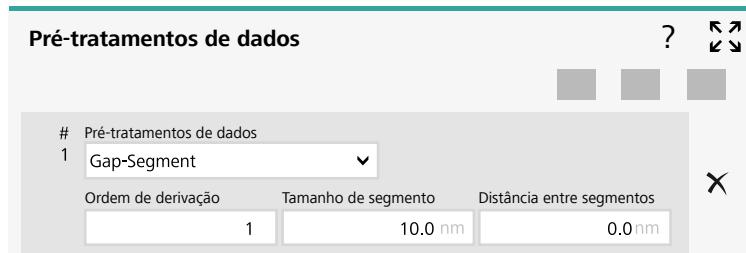
- No passo do processo **Selecionar amostras**, na área **Lista de produtos**, selecionar todos os produtos cujos espectros devam ser exibidos.

2 Alternar para o passo do processo 'Parametrizar o modelo de identificação'

- No navegador, clicar em **Parametrizar o modelo de identificação**.

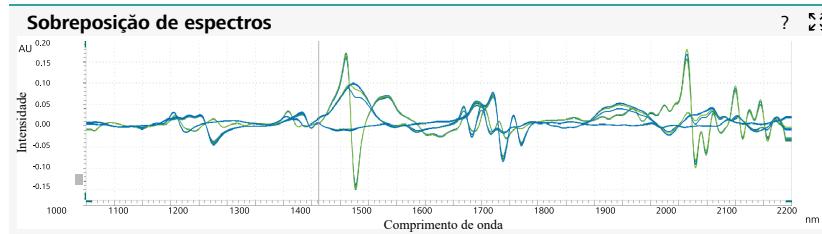
3 Adicionar o passo de pré-tratamento de dados

- Na área **Pré-tratamentos de dados**, adicionar um passo de pré-tratamento de dados ao clicar em .
- No campo **Pré-tratamento de dados**, selecionar o tipo de pré-tratamento de dados e preencher os campos correspondentes. Exemplo de Gap-Segment com uma derivada de primeira ordem que remove deslocamentos de linha de base constantes (independentes do comprimento de onda):



Os espectros pré-tratados dos produtos selecionados no passo 1 serão exibidos imediatamente na área **Sobreposição de espectros**.

Após o pré-tratamento de dados, os espectros têm outra aparência, por ex.:



4 Adicionar outros passos de pré-tratamentos de dados

Outros passos de pré-tratamentos de dados podem ser adicionados ao clicar em .

Ao utilizar diversos passos de pré-tratamento de dados, a ordem pode ser decisiva. Gap-Segment ou Savitzky-Golay são utilizados preferencialmente em relação a SNV e SNV preferencialmente em relação a Detrend.

Ao clicar em e , é possível deslocar linhas para cima ou para baixo para definir a ordem.

5 Salvar o modelo

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se for necessário considerar o novo pré-tratamento de dados criado na divisão do conjunto de dados ou na detecção de outliers, o conjunto de dados pode ser dividido novamente.

6.6 Publicar o modelo de identificação

Para que um modelo possa ser utilizado em determinações, o modelo deve ser publicado. Isso permite continuar a desenvolver o modelo sem influenciar a versão publicada e as determinações executadas com ele.

Publicar o modelo de identificação

Pré-requisito:

- O modelo foi calculado e salvo.

- O modelo está aberto.

1 Abrir o diálogo

- Clicar em  para abrir o diálogo **Publicar o modelo de identificação**.

Info Se o modelo já tiver sido publicado e utilizado em métodos anteriormente, esses métodos podem ser automaticamente atualizados ao ativar a caixa de controle **Atualizar métodos**.

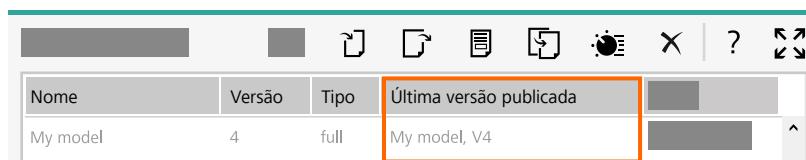
Aviso: não serão atualizados automaticamente:

- Métodos abertos
- Métodos assinados e publicados
- Se o filtro de permissões de dados estiver ativado: métodos sem permissões de dados do usuário que fez login atualmente

2 Publicar

- Ao clicar em **[Publicar]**, publicar o modelo.

Em **Modelos ▶ Modelos de identificação**, é exibida a última versão publicada:



Nome	Versão	Tipo	Última versão publicada
My model	4	full	My model, V4

O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada do modelo.

7 Modelo de qualificação

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo (*ver "Desenvolvimento de um modelo", página 186*).

Um modelo de qualificação permite distinguir um grupo de amostras de outras amostras. O modelo de qualificação é adequado para, p ex., distinguir amostras utilizáveis (amostras positivas) de amostras inutilizáveis (amostras negativas).

7.1 Criar o modelo de qualificação

Criar o modelo de qualificação

Pré-requisito:

- Um conjunto de dados com espectros foi criado (*ver "Registrar os espectros", página 61*).

1 Criar e nomear o modelo de qualificação

- Em **Modelos** ► **Modelos de qualificação**, clicar em . Um novo modelo de qualificação é exibido em uma nova guia.
- Inserir um nome adequado no campo de introdução **Nome do modelo de qualificação**.

2 Selecionar as amostras de calibração

- Exibir todas as listas de amostras ao clicar em **Listas de amostras**.
- Selecionar as listas de amostras preparadas para o conjunto de dados de calibração.

Criar modelo de qualificação

Nome do modelo de qualificação

Listas de amostras

Resultados de busca

Importação XDS/DS

Conjunto de dados de calibração

Nome	Salvo

i As amostras também podem ser selecionadas por um resultado de busca. Além disso podem ser importadas amostras de equipamentos XDS e DS (ver "Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)", página 179).

i A seleção de amostras pode ser adaptada posteriormente.

3 Selecionar as amostras de validação (opcional)

- Clicar em **Adicionar o conjunto de dados de validação**.
- Atribuir as listas de amostras preparadas para os conjuntos de dados de validação ao conjunto de dados de validação positivo ou negativo usando as caixas de controle correspondentes.

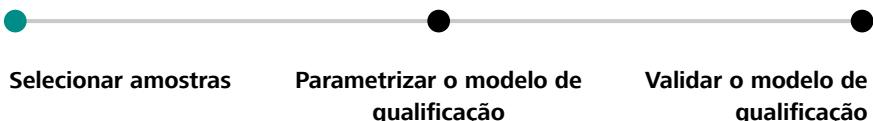
Conjunto de dados de validação			
Nome	Salvo	Positivo	Negativo
		<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
		<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4 Criar o modelo de qualificação

- Clicar em **[Criar]**.
- Salvar o modelo: clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

7.2 Selecionar as amostras e dividir o conjunto de dados

A guia do modelo de qualificação mostra na parte superior uma barra de navegação horizontal, o **navegador**. O navegador orienta nos passos seguintes do desenvolvimento de modelo.



i Apresentação de espectros

Nos 3 passos do processo, os espectros individuais são exibidos na forma de curvas, pontos ou linhas de tabela.

Os espectros selecionados são destacados simultaneamente em todas as apresentações e passos do processo.

i Tabelas e diagramas

O manuseio de tabelas e diagramas é descrito no anexo:

- Manuseio de tabelas (ver capítulo 11.2, página 166)
- Manuseio de diagramas (ver capítulo 11.3, página 167)

Passo do processo 'Selecionar amostras'

A área **Registro de dados de calibração** lista todos os espectros no conjunto de dados de calibração:

Conjunto de dados de calibração					↔	↔+	↔-	?	↔
	Nome da amostra	Nome da subamostra	Fonte						
↑	↑								
↑	↑								
↑	↑								

Se amostras foram selecionadas para os conjuntos de dados de validação, seus espectros aparecem na área **Registro de dados de validação**.

Os ícones a seguir simbolizam a atribuição aos conjuntos de dados:



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de calibração.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de validação positivo.



O espectro está atribuído ao conjunto de dados de validação negativo.

Na área **Sobreposição de espectros** os espectros no conjunto de dados de calibração são mostrados em **azul**, os espectros no conjunto de dados de validação positivo em **verde** e os espectros no conjunto de dados de validação negativo em **vermelho**.

O passo do processo **Selecionar amostras** permite fazer o seguinte:

- **Adaptar a seleção de amostras**

Adicionar mais espectros ou excluir espectros.

- **Dividir o conjunto de dados**

Divisão do conjunto de dados automática ou manual:

- **Conjunto de dados de calibração**: o modelo será calculado novamente com os espectros do conjunto de dados de calibração.
- **Conjunto de dados de validação**: os espectros dos conjuntos de dados de validação são usados exclusivamente para validar o modelo.

i Um modelo pode ser desenvolvido sem conjunto de dados de validação, p. ex., quando estiver disponível apenas uma quantidade limitada de amostras em uma primeira fase ou quando a validação for efetuada exclusivamente com um conjunto de dados externo.

Adaptar a seleção de amostras

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar o modelo de qualificação", página 122).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Adicionar ou excluir os espectros

- Adicionar espectros: na área **Registro de dados de calibração** ou na área **Registro de dados de validação** clicar em .
- Remover espectros: selecionar os espectros e clicar em . Aviso: as respectivas amostras, inclusive os espectros, permanecem no banco de dados.

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Dividir o conjunto de dados automaticamente

A divisão inclui todos os espectros do conjunto de dados de calibração e os dois conjuntos de dados de validação. A divisão oferece as seguintes possibilidades:

- Criação automática de um conjunto de dados de validação (opcional) Os espectros para o conjunto de dados de validação negativa são determinados pela detecção de outliers (outliers espectrais).
- Criação automática de um conjunto de dados de validação positivo (opcional) Os espectros que permanecerem podem ser divididos automaticamente em conjunto de dados de calibração ou um conjunto de dados de validação positivo.

As amostras também podem ser atribuídas manualmente a qualquer momento.

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar o modelo de qualificação", página 122).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

1 Acessar a divisão do conjunto de dados

- Na área **Registro de dados de calibração**, clicar em .

É aberto o diálogo **Divisão do conjunto de dados**.

2 Determinar o conjunto de dados de validação negativo (opcional)

- Para atribuir automaticamente outliers espectrais ao conjunto de dados de validação negativo, ativar o seletor **Determinar espectros negativos** aktivieren.
 - Caso necessário, adaptar **Nível de significância**. Quanto maior for o nível de significância, mais outliers espectrais serão reconhecidos. Valores típicos são 5% ou 1%.

i A detecção de espectros negativos deve ser usada com cautela. Um nível de significância alto pode melhorar a confiabilidade dos resultados positivos. Entretanto, amostras mais positivas podem ser ignoradas e classificadas incorretamente como negativas.

Os espectros no conjunto de dados de validação negativo devem ser examinados para determinar se são realmente outliers. O gráfico de influência e o gráfico de scores são úteis para isso.

3 Determinar o conjunto de dados de validação positivo (opcional)

Na divisão automática ocorre uma verificação para que o conjunto de dados de calibração e o conjunto de dados de validação positivo sejam representativos em relação à totalidade do material e independentes um do outro.

- Para atribuir espectros automaticamente ao conjunto de dados de validação positivo, ativar o seletor **Determinar espectros positivos**.
 - No campo **Percentual**, definir a porcentagem de espectros para o conjunto de dados de validação positivo, p. ex. entre 20% e 30%.

4 Definir as opções

Definir opções para a divisão do conjunto de dados:

- Aplicar a parametrização**: aplicar o pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda aos espectros (ver "Parametrizar o modelo de qualificação", página 133).

Aviso: alterações posteriores na parametrização não têm qualquer efeito sobre a atribuição de conjuntos de dados. A não ser que o conjunto de dados seja dividido novamente.

- **Manter espectros negativos:** manter os espectros existentes no conjunto de dados de validação negativo e ignorá-los durante a divisão. Esta opção pode levar a um aumento do conjunto de dados de validação negativo, mesmo sem alteração de **Nível de significância**.
- **Manter espectros positivos:** manter os espectros existentes no conjunto de dados de validação positivo e ignorá-los durante a divisão. Esta opção leva a um aumento do conjunto de dados de validação positivo, mesmo sem alteração de **Percentual**.

i Se espectros separados tiverem sido adicionados para os conjuntos de dados de validação, as opções **Manter espectros negativos** e **Manter espectros positivos** deverão ser ativadas. Caso contrário, todos os espectros serão mesclados e redividos, o que pode levar a resultados indesejáveis.

5 Iniciar a divisão automática

- Clicar em **[Dividir]**.

O conjunto de dados será dividido conforme as configurações realizadas.

6 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Gráfico de influência e gráfico de scores

Após a divisão automática do conjunto de dados, os diagramas gráfico de influência e gráfico de scores estão disponíveis:

- No passo do processo **Selecionar amostras** clicar em uma das áreas  e selecionar o diagrama **Gráfico de influência** ou **Gráfico de scores**.

O gráfico de influência e o gráfico de scores são baseados no método de cálculo **PCA** (análise de componentes principais). A quantidade de componentes principais é escolhida de forma que a variância declarada seja de pelo menos 95%.

Os espectros na seguinte forma servem como ponto de partida para PCA:

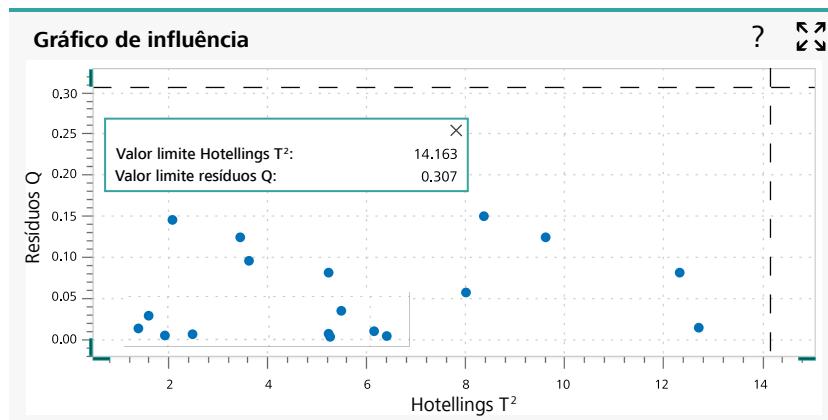
- Espectros sem pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda, se a opção **Aplicar a parametrização** foi desativada durante a divisão automática do conjunto de dados.

- Espectros com pré-tratamento de dados e seleção de comprimento de onda, se a opção **Aplicar a parametrização** foi ativada durante a divisão automática do conjunto de dados.

Aviso se a opção estiver ativada: se a parametrização for alterada, o gráfico de influência e o gráfico de scores só estarão disponíveis após uma nova divisão automática do conjunto de dados.

Gráfico de influência

O **Gráfico de influência** descreve as propriedades características dos espectros e ajuda a detectar outliers espectrais para o conjunto de dados de validação negativo.



i Manuseio do diagrama

A exibição do diagrama pode ser personalizada e pontos únicos ou múltiplos podem ser selecionados ([ver capítulo 11.3, página 167](#)).

Cada ponto representa um espectro. Valores Hotelling T^2 e resíduos Q altos indicam possíveis outliers.

Espectros com altos valores para Hotellings T^2 indicam uma composição extrema das amostras afetadas.

Espectros com altos resíduos Q indicam componentes químicos incomuns nas amostras afetadas.

i As linhas tracejadas mostram os valores críticos (valores limite) para o nível de significância definido. Se nenhum espectro negativo for detectado durante a divisão automática do conjunto de dados, o nível de significância é de 5%.

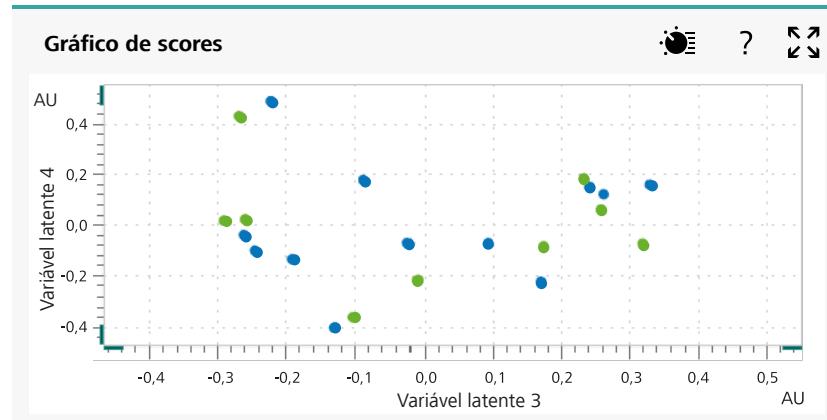
A figura acima não mostra nenhum espectro negativo possível. Todos os pontos estão dentro das linhas tracejadas.

Gráfico de scores

i Enquanto o valor Hotelling T^2 de um espectro resume os scores de todos os componentes principais em um único valor, o gráfico de scores permite uma análise ainda mais detalhada dos scores.

Cada ponto representa um espectro no gráfico de scores. Os scores para os dois primeiros componentes principais podem ser lidos no eixo x e no eixo y. Os scores são normalizados, cada componente principal recebe o mesmo peso.

Por meio de  **Propriedades**, também é possível exibir todos os outros pares de componentes principais.



Dividir o conjunto de dados manualmente (opcional)

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano (ver "Criar o modelo de qualificação", página 122).
- O navegador está no passo do processo **Selecionar amostras**.

i Se uma divisão automática do conjunto de dados for executada antes da divisão manual, **Gráfico de influência** e **Gráfico de scores** estarão disponíveis.

1 Atribuir os espectros novamente

- Selecionar os espectros em uma das áreas.

Exemplo de seleção no gráfico de influência:

- Abrir a área **Gráfico de influência**.
- Selecionar um ou vários pontos no gráfico de influência (ver "[Selecionar vários pontos ou curvas](#)", [página 169](#)).
- Abrir o menu de contexto clicando com o botão direito em um dos pontos selecionados. Atribuir os espectros a um conjunto de dados:

Conjunto de dados de validação positivo

Conjunto de dados de validação negativo

Registro de dados de calibração

2 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

7.3 Calcular o modelo de qualificação

Um primeiro modelo pode ser calculado sem parametrização. Por meio dele, é possível obter uma escala de comparação para os resultados de validação. É possível avaliar melhor a influência de uma parametrização posterior.

i Se ruídos ou outros artefatos inutilizarem alguns comprimentos de onda, esses comprimentos de onda podem ser diretamente excluídos (ver "[Parametrizar o modelo de qualificação](#)", [página 133](#)).

Calcular o modelo

Pré-requisito:

- Na área de trabalho **Modelos**, o modelo de qualificação está aberto e em primeiro plano.

1 Iniciar o cálculo

- Calcular o modelo ao clicar em **[Calcular]**.

-  Se o botão **[Calcular]** estiver inativo, as seguintes causas podem estar presentes:
- O modelo já foi calculado e não houve alterações desde então.
 - Um dos passos do processo contém uma entrada incorreta. No navegador, o passo do processo da área afetada é representado em **vermelho**. O campo com a entrada incorreta está delineado em vermelho.

7.4 Validar o modelo de qualificação

O passo do processo **Validar o modelo de qualificação** possibilita uma validação com as seguintes amostras:

- **Amostras no conjunto de dados de calibração**
Essas amostras foram utilizadas para a criação do modelo. Portanto, uma classificação correta pelo modelo é mais simples do que em outras amostras.
- **Amostras no conjunto de dados de validação positivo e negativo (se disponível)**
Essas amostras são independentes do modelo. Seus resultados de validação estão em uma escala melhor para a qualificação de amostras desconhecidas.

Resultado de validação de uma amostra

Para cada amostra, o modelo de qualificação determina um resultado (positivo ou negativo). Um resultado positivo é esperado para as amostras no conjunto de dados de calibração e no conjunto de dados de validação positivo. Um resultado negativo é esperado para as amostras no conjunto de dados de validação negativo. O OMNIS Software compara o resultado determinado pelo modelo com o resultado esperado. A partir disso, obtém-se o resultado de validação:

- **Com êxito**: o resultado obtido pelo modelo coincide com o resultado esperado.
- **Falhou**: o resultado obtido pelo modelo não coincide com o resultado esperado.

Área Visão geral de validação

A área **Visão geral de validação** resume os resultados para as amostras do conjunto de dados de calibração e dos conjuntos de dados de validação (se disponíveis).

À esquerda há uma visão geral de todas as amostras de calibração e amostras de validação:

Total	
Bem-sucedido %	Amostras previstas corretamente em %
Bem-sucedido	Número de amostras previstas corretamente
Falhou	Número de amostras previstas incorretamente
Número de espectros	Número de espectros no conjunto de dados de calibração e nos dois conjuntos de dados de validação

No lado direito há uma visão geral dos conjuntos de dados individuais.

Área Resultados de validação

A área **Resultados de validação** mostra os resultados mais detalhados de cada amostra. São exibidas as amostras de todos os conjuntos de dados selecionados na área **Visão geral de validação**.

Otimizar o modelo de qualificação

As seguintes medidas podem ajudar a aprimorar o modelo de qualificação:

- Adaptar pré-tratamento de dados (*ver "Pré-tratamento de dados", página 136*).
- Adaptar faixas de comprimento de onda (*ver "Seleção de comprimento de onda", página 134*).

No caso de uma nova divisão do conjunto de dados, o modelo de qualificação pode ser adaptado aos requisitos por meio da detecção de espectros negativos:

- Um nível de significância mais alto pode aumentar a confiabilidade dos resultados positivos. Isso significa: menos resultados falsos positivos, mas mais amostras positivas são perdidas.
- Um nível de significância mais baixo (ou omissão da detecção de espectros negativos) pode resultar em menos amostras positivas perdidas. Isso significa: menos resultados falsos negativos, mas mais amostras negativas são classificadas incorretamente como positivas.

7.5 Parametrizar o modelo de qualificação

O passo do processo **Parametrizar o modelo de qualificação** possibilita a otimização dos espectros. Os artefatos e não linearidades serão corrigidos. A execução correta aprimora a parametrização, a exatidão e a robustez do modelo.

A parametrização é aplicada a:

- todos os espectros no conjunto de dados de calibração
- todos os espectros nos dois conjuntos de dados de validação

i Na previsão na área de trabalho **Amostras**, o espectro de uma amostra é registrado e avaliado com um modelo. A parametrização definida no modelo também é aplicada a este espectro.

Há disponíveis duas possibilidades de parametrização:

- Definir as faixas de comprimento de onda a serem utilizadas.
- Utilizar pré-tratamentos de dados para colocar os espectros em uma forma mais adequada.

O exame visual dos espectros começa no passo do processo **Selecionar amostras**.

Representar os espectros

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Passo do processo 'Selecionar amostras'

- No navegador, clicar no passo do processo **Selecionar amostras**.

Neste passo do processo, os espectros podem ser examinados simultaneamente em forma de uma tabela e em forma de curva. Se uma divisão do conjunto de dados automática foi realizada, o gráfico de influência e o gráfico de scores também estarão disponíveis.

2 Examinar os espectros

- Manuseio de tabelas (*ver capítulo 11.2, página 166*)
- Manuseio de diagramas (*ver capítulo 11.3, página 167*)

Próximos passos

- Seleção de comprimento de onda (*ver "Seleção de comprimento de onda", página 134*)

- Definir o pré-tratamento de dados (ver "Pré-tratamento de dados", página 136)

7.5.1 Seleção de comprimento de onda

Uma seleção de comprimento de onda pode aprimorar o modelo de qualificação. Exemplo: caso haja altos ruídos de valores de absorbância, as áreas com os comprimentos de onda afetados podem ser excluídas.

O modelo utiliza as faixas de comprimento de onda definidas. Se nenhuma faixa de comprimento de onda estiver definida, o modelo utiliza todos os comprimentos de onda.

Definir as faixas de comprimento de onda

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.

1 Passo do processo 'Parametrizar o modelo de qualificação'

- No navegador, clicar em **Parametrizar o modelo de qualificação**.

2 Adicionar a faixa de comprimento de onda

- Na área **Faixa de comprimento de onda**, adicionar uma faixa de comprimento de onda ao clicar em .

Faixa de comprimento de onda		
#	Comprimento inicial de onda	Comprimento final de onda
1	1000.0 nm	2250.0 nm

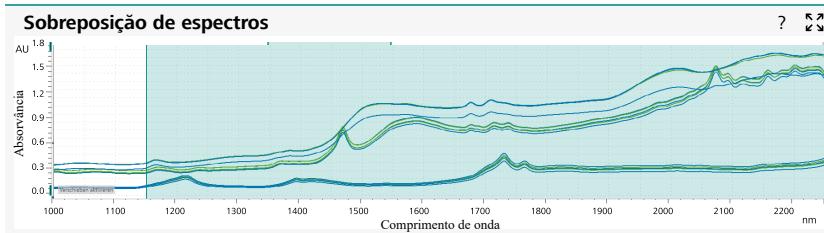
Uma faixa de comprimento de onda será adicionada. A faixa cobre primeiramente todos os comprimentos de onda.

3 Determinar a faixa de comprimento de onda

Determinar a faixa de comprimento de onda de uma das seguintes formas:

- Para determinar a faixa de comprimento de onda por meio da entrada de números, inserir **Comprimento inicial de onda** e **Comprimento final de onda** nos campos de introdução correspondentes.

- Para determinar a faixa de comprimento de onda no diagrama, proceder da seguinte forma:
 - Na área **Sobreposição de espectros**, clicar em **[Ativar o deslocamento]**.
 - Mover o cursor para a margem esquerda da área destacada até que o cursor seja exibido como .
 - Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a margem esquerda até a posição desejada.
 - Repetir o mesmo processo no lado direito da área destacada.
 - Para mover uma faixa de comprimento de onda, mover o cursor sobre a área até que o cursor seja exibido como . Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar a faixa para a esquerda ou para a direita.
 - Clicar em **[Desativar o deslocamento]**.



Na imagem, está definida uma faixa de comprimento de onda de 1150 até 2250 nm. Essa faixa será utilizada pelo modelo.

4 Adicionar outras faixas de comprimento de onda

Outras faixas de comprimento de onda podem ser adicionadas ao clicar em .

As faixas de comprimento de onda não devem se sobrepor

Primeiramente, uma nova faixa de comprimento de onda se sobrepõe às outras faixas de comprimento de onda existentes. Adaptar a faixa de comprimento de onda de modo que não haja mais sobreposições.

5 Salvar o modelo

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Se a seleção de comprimento de onda recém-criada for levada em consideração na divisão do conjunto de dados, o conjunto de dados poderá ser dividido novamente.

7.5.2 Pré-tratamento de dados

Um pré-tratamento de dados adequado pode aprimorar o modelo de qualificação. Exemplo: deslocamentos da linha de base não contêm informações relevantes para a maioria das aplicações e podem ser removidos.

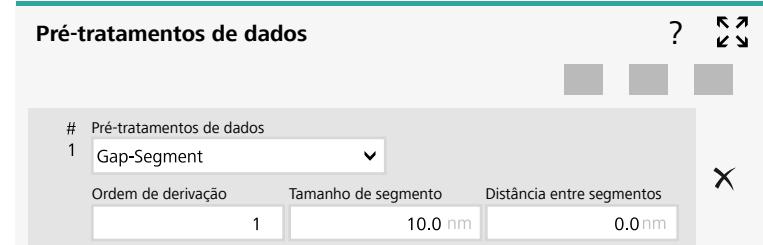
Definir o pré-tratamento de dados

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, o modelo está aberto e em primeiro plano.
- O navegador está no passo do processo **Parametrizar o modelo de qualificação**.

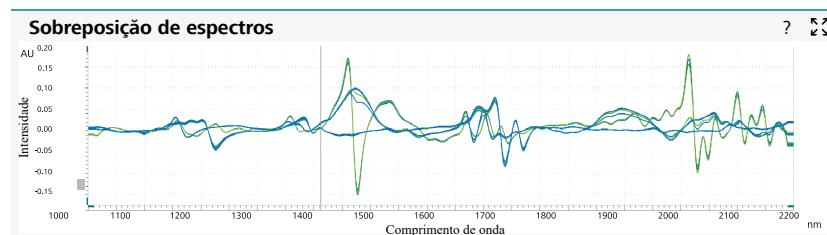
1 Adicionar o passo de pré-tratamento de dados

- Na área **Pré-tratamentos de dados**, adicionar um passo de pré-tratamento de dados ao clicar em .
- No campo **Pré-tratamento de dados**, selecionar o tipo de pré-tratamento de dados e preencher os campos correspondentes. Exemplo de Gap-Segment com uma derivada de primeira ordem que remove deslocamentos de linha de base constantes (independentes do comprimento de onda):



Os espectros pré-tratados dos produtos selecionados no passo 1 serão exibidos imediatamente na área **Sobreposição de espectros**.

Após o pré-tratamento de dados, os espectros têm outra aparência, por ex.:



2 Adicionar outros passos de pré-tratamentos de dados

Outros passos de pré-tratamentos de dados podem ser adicionados ao clicar em .

 Ao utilizar diversos passos de pré-tratamento de dados, a ordem pode ser decisiva. Gap-Segment ou Savitzky-Golay são utilizados preferencialmente em relação a SNV e SNV preferencialmente em relação a Detrend.

Ao clicar em  e , é possível deslocar linhas para cima ou para baixo para definir a ordem.

3 Salvar o modelo

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

 Se for necessário considerar o novo pré-tratamento de dados criado na divisão do conjunto de dados, o conjunto de dados pode ser dividido novamente.

7.6 Publicar o modelo de qualificação

Para que um modelo possa ser utilizado em determinações, o modelo deve ser publicado. Isso permite continuar a desenvolver o modelo sem influenciar a versão publicada e as determinações executadas com ele.

Publicar o modelo de qualificação

Pré-requisito:

- O modelo foi calculado e salvo.
- O modelo está aberto.

1 Abrir o diálogo

- Clicar em  para abrir o diálogo **Publicar o modelo de qualificação**.

Info Se o modelo já tiver sido publicado e utilizado em métodos anteriormente, esses métodos podem ser automaticamente atualizados ao ativar a caixa de controle **Atualizar métodos**.

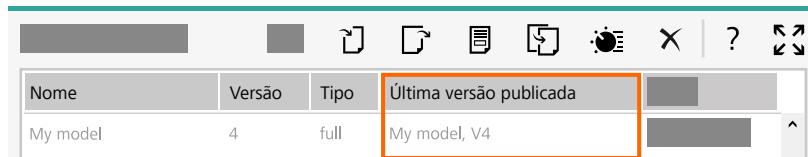
Aviso: não serão atualizados automaticamente:

- Métodos abertos
- Métodos assinados e publicados
- Se o filtro de permissões de dados estiver ativado: métodos sem permissões de dados do usuário que fez login atualmente

2 Publicar

- Ao clicar em **[Publicar]**, publicar o modelo.

Em **Modelos** ▶ **Modelos de qualificação**, é exibida a última versão publicada:



Nome	Versão	Tipo	Última versão publicada
My model	4	full	My model, v4

O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada do modelo.

8 Hierarquia de modelos

Uma hierarquia de modelos permite o seguinte:

- **Estruturar modelos de identificação hierarquicamente**

Exemplo: um modelo de identificação com 4 produtos diferentes pode não diferenciar claramente entre produtos semelhantes como frutose e glucose. Se frutose e glucose forem reunidas em um grupo de produto "açúcar", o modelo terá condições de diferenciar entre açúcar e os dois outros produtos. Se uma amostra for identificada como açúcar, outro modelo de identificação irá assumir a classificação entre frutose e glucose. Como este último modelo é mais especializado, ele pode diferenciar melhor entre produtos semelhantes.

O modelo de identificação hierarquicamente mais alto é o modelo principal. Os modelos de identificação vinculados ao modelo principal são os modelos subordinados.

- **Vincular modelos de quantificação a produtos**

Para amostras identificadas, podem ser realizadas análises quantitativas. Para cada parâmetro de interesse, um modelo de quantificação é vinculado ao produto correspondente. Opcionalmente, pode ser utilizada uma correção da interceptação do eixo y / slope.

Uma hierarquia de modelos fornece de acordo com cada uso:

- Uma **identificação** de uma amostra desconhecida (p. ex., frutose). O resultado é um nome do produto.
 - Opcionalmente uma ou mais **quantificações** dependendo do produto determinado.
- Uma **verificação** do pertencimento de produto (p. ex. frutose) de uma amostra. O resultado é sim/não – verificação bem-sucedida ou fracassada.
 - Opcionalmente, dependendo do produto determinado e independentemente do resultado da verificação, uma ou mais **quantificações**.

8.1 Criar a hierarquia de modelos

Uma hierarquia de modelos consiste em um ou mais modelos de identificação e, opcionalmente, em um ou mais modelos de quantificação.

Desenvolver modelos

Primeiramente, os modelos de identificação e modelos de quantificação devem ser desenvolvidos.

1 Desenvolver modelo principal

- Desenvolver um modelo de identificação para todos os produtos existentes ([ver capítulo 6, página 103](#)).
- Se for difícil distinguir produtos individuais uns dos outros, eles podem ser combinados em um grupo de produtos:
 - No passo do processo **Selecionar amostras** na área **Lista de produtos** para os produtos a serem combinados, definir um nome comum na coluna **Grupo de produto**. No exemplo a seguir, os produtos **C1** e **C2** constituem, juntos, o grupo de produto **C**:

Lista de produtos		
Produto	Quantidade de espectros	Grupo de produtos
A		
B		
C1		C
C2		C

Consequentemente, o modelo trata o grupo de produto **C** como um produto individual. O modelo não classifica mais entre A/B/C1/C2, mas sim entre A/B/C.

- i** Se necessário, outros grupos de produto podem ser constituídos.

2 Desenvolver modelos subordinados

- Para cada grupo de produto do modelo principal, desenvolver um modelo de identificação ([ver capítulo 6, página 103](#)).
- No exemplo acima, um modelo subordinado é desenvolvido com todas as amostras que pertencem aos produtos **C1** e **C2**. Para isso, devem ser utilizadas as mesmas amostras do modelo principal para o grupo de produto **C**.

 Ao clicar com o botão direito em **Lista de produtos**, podem ser criados modelos subordinados para o grupo de produto definido.

3 Outros níveis hierárquicos

Se um modelo subordinado contiver mais de 2 produtos, também é possível resumir outros produtos em um grupo de produto, caso necessário. Para esse grupo de produto, desenvolver mais um modelo de identificação separado. Dessa forma, são criados níveis hierárquicos adicionais.

4 Desenvolver modelos de quantificação

Se for necessário prever parâmetros de interesse quantitativos para determinados produtos, desenvolver os modelos de quantificação correspondentes.

O próximo passo é a criação de uma hierarquia de modelos. A hierarquia de modelos permite o seguinte:

- Ligar modelo subordinado a um grupo de produtos
- Vincular modelos de quantificação a produtos

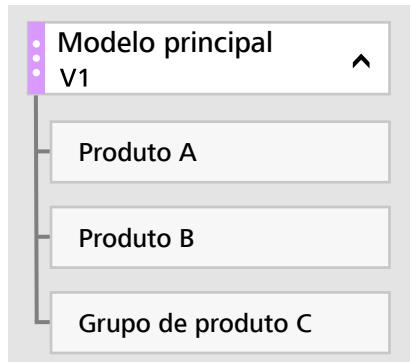
Criar hierarquia de modelos

1 Criar e nomear a hierarquia de modelos

- Em **Modelos** ▶ **Hierarquias de modelos**, clicar em . Uma nova hierarquia de modelos é exibida em uma nova guia.
- Clicar em  na barra de ferramentas para abrir a janela **Propriedades**.
- Sob **Propriedades** ▶ **Geral**, no campo **Nome**, digitar o nome desejado.

2 Adicionar modelo principal

- O passo do processo **Editar a hierarquia de modelos** contém o editor de hierarquia de modelos. Primeiramente, o editor de hierarquia de modelos ainda está vazio.
- Com um clique em , abrir a janela **Biblioteca**.
- Em **Biblioteca** ▶ **Modelos de identificação**, puxar o modelo principal para a direita ao arrastar e soltar para inseri-lo no editor de hierarquia de modelos.



Se um modelo não puder ser encontrado na biblioteca:

- Certificar-se de que o modelo foi publicado.
- Atualize a visualização na biblioteca clicando em .

3 Ligar modelo subordinado a um grupo de produtos

Se grupos de produtos foram definidos no modelo principal:

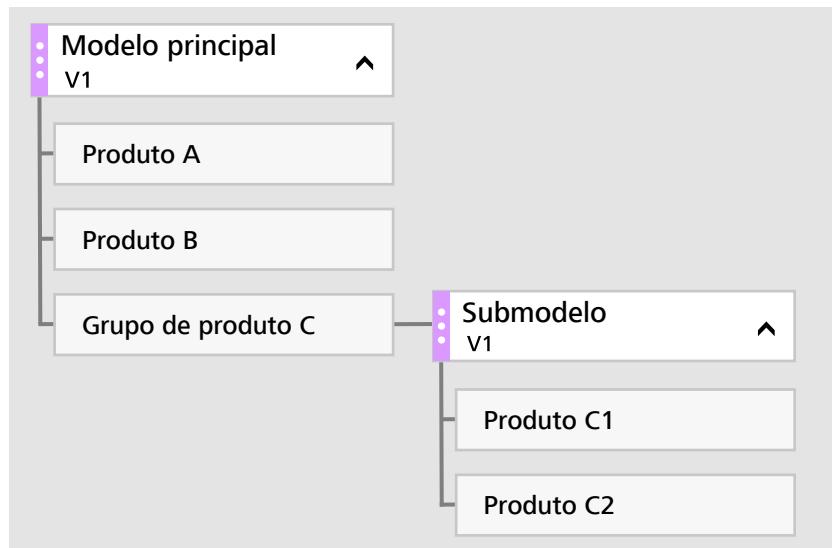
- Em **Biblioteca** ▶ **Modelos de identificação**, inserir o modelo subordinado ao arrastar e soltar ao lado do grupo de produto correspondente. Uma linha verde vertical ao lado do grupo de produto mostra a posição de inserção.



- **Outros modelos subordinados e níveis hierárquicos**

Vincular mais modelos subordinados da mesma forma ao grupo de produto correspondente.

Exemplo: um submodelo está vinculado a um grupo de produtos.



i Os submodelos podem ser vinculados a grupos de produtos ou a produtos.

4 Vincular modelos de quantificação a produtos

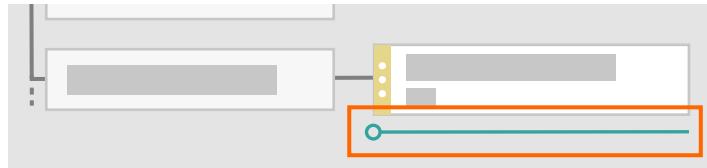
Se for necessário prever parâmetros de interesse quantitativos:

- Em **Biblioteca** ▶ **Modelos de quantificação**, inserir o modelo de quantificação arrastando e soltando ao lado do produto correspondente. Uma linha verde vertical ao lado do produto mostra a posição de inserção.



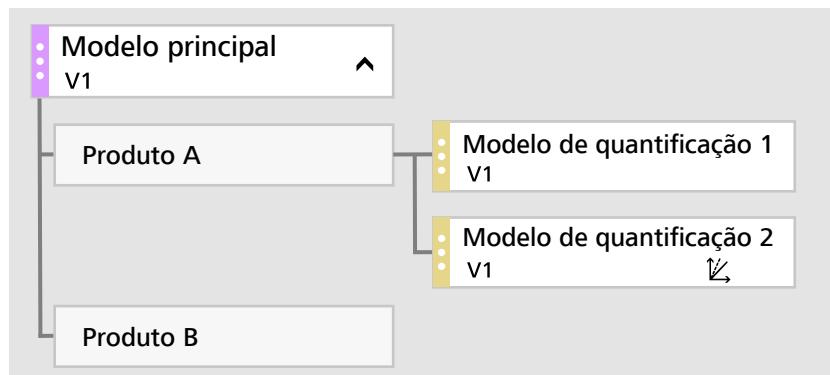
- Se o modelo de quantificação precisar de uma correção da interceptação do eixo y / slope:
 - Selecionar modelo de quantificação.
 - Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em
 - Em **Propriedades** ▶ **Parâmetros** definir a correção da interceptação do eixo y / slope.

- Se for necessário prever vários parâmetros de interesse quantitativos para o mesmo produto:
 - Inserir os outros modelos de quantificação um abaixo do outro usando arrastar e soltar. Uma linha horizontal verde indica a posição de inserção.



- Vincule outros modelos de quantificação ao produto correspondente da mesma forma. Se necessário, definir as correções da interceptação do eixo y / slope.

Exemplo: 2 modelos de quantificação estão vinculados a um produto.



O símbolo indica que uma correção da interceptação do eixo y / slope foi definida para o modelo de quantificação 2.

- Os modelos de quantificação podem ser vinculados a grupos de produtos ou a produtos.

5 Estipular versão a modelos

Os modelos contidos na hierarquia de modelos permanecem inalterados, mesmo que uma nova versão seja publicada para um modelo. Se necessário, remover o modelo correspondente da hierarquia de modelos e inserir a versão atual.

6 Salvar a hierarquia de modelos

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

8.2 Validar a hierarquia de modelos

O passo do processo **Validar a hierarquia de modelos** oferece 2 diferentes validações:

- **Validação interna**

A validação interna utiliza o conjunto de dados de calibração e, se disponível, o conjunto de dados de validação do modelo principal.

- **Validação externa**

A validação externa utiliza um conjunto de dados separado externo.

Para o conjunto de dados externo, as amostras são coletadas e medidas em um dia diferente, se possível por uma pessoa diferente e usando um equipamento diferente.

Validar a hierarquia de modelos

Pré-requisito:

- Na barra de funções **Modelos**, a hierarquia de modelos foi criada, está aberta e em primeiro plano (ver "Criar a hierarquia de modelos", [página 140](#)).
- Se for feita uma validação externa, está disponível um conjunto de dados correspondente com espectros e nomes de produtos (ver "Registrar os espectros", [página 61](#)).

1 Alternar para o passo do processo 'Validação'

- No navegador, alternar para o passo do processo Validação ao clicar em **Validar a hierarquia de modelos**.

2 Utilizar validação interna ou validação externa

Validação interna

- Clicar em **Validar internamente**.

i A validação interna utiliza somente espectros do modelo principal (conjunto de dados de calibração e, se disponível, conjunto de dados de validação). Outliers e espectros adicionais em modelos subordinados não são incluídos.

Validação externa

- Clicar em **Validar externamente**.
- Selecionar amostras de Listas de amostras ou de Resultados de busca.

A seleção deve conter amostras com um parâmetro de produto. A coluna **Produto** lista os produtos contidos.

- Clicar em **[Validar]**.

3 Verificar os resultados de validação

- No passo do processo **Validar a hierarquia de modelos**, verificar a área **Visão geral de validação**. A Visão geral de validação resume os resultados da mesma forma que em um modelo individual (ver "Área Visão geral de validação", página 113). Ao fazer isso, a hierarquia de modelos é considerada como um único modelo grande. O resultado de validação de um espectro pode ser bem-sucedido ou falhar.
- Verificar resultados de espectros individuais:
 - Na área **Visão geral de validação**, selecionar todos os produtos cujos espectros individuais devam ser exibidos.
 - A área **Resultados de validação** lista os espectros dos produtos selecionados.

Resultado da hierarquia de modelos mostra o respetivo resultado final da hierarquia de modelos.

Em seguida, é apresentada a avaliação passo a passo para cada nível hierárquico. O **Resultado do nível 1** mostra o resultado do modelo principal. A seguir, seguem os resultados dos respectivos modelos subordinados em todos os outros níveis hierárquicos.

8.3 Publicar hierarquia de modelos

Para que uma hierarquia de modelos possa ser usada para determinações, a hierarquia de modelos deve ser publicada.

Publicar hierarquia de modelos

Pré-requisito:

- A hierarquia de modelos está salva.
- A validação é opcional. A Metrohm recomenda executar uma validação.
- A hierarquia de modelos está aberta.

1 Abrir o diálogo

- Clicar em  para abrir o diálogo **Publicar hierarquia de modelos**.

Informação Se a hierarquia de modelos já tiver sido publicada e utilizada em métodos anteriormente, esses métodos podem ser atualizados automaticamente ao ativar a caixa de controle **Atualizar métodos**.

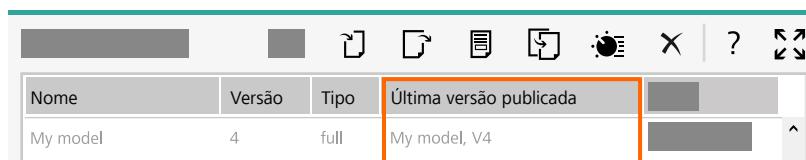
Aviso: não serão atualizados automaticamente:

- Métodos abertos
- Métodos assinados e publicados
- Se o filtro de permissões de dados estiver ativado: métodos sem permissões de dados do usuário que fez login automaticamente

2 Publicar

- Clicar em **[Publicar]** para publicar a hierarquia de modelos.

Em **Modelos > Hierarquias de modelos**, é exibida a última versão publicada:



Nome	Versão	Tipo	Última versão publicada
My model	4	full	My model, V4

O comando **PREDICT** poderá acessar a versão publicada da hierarquia de modelos.

9 Previsão

Na previsão, um modelo é aplicado ao espectro de uma amostra desconhecida. Dependendo do modelo, o seguinte pode ser previsto:

- Parâmetros de interesse (quantificação)
- Pertencimento de produto ou resultado de verificação (identificação)
- Resultado de qualificação (qualificação)

i As amostras para a previsão devem ser tratadas igualmente e medidas como as amostras com as quais o modelo foi criado.

i Um esclarecimento da sequência no OMNIS Software pode ser encontrado no anexo (*ver "Previsão", página 187*).

9.1 Preparar a previsão

Para a preparação da previsão, criar um método, um procedimento operacional, um perfil da amostra e uma lista de amostras da forma descrita a seguir. Os métodos contêm um comando **PREDICT** que estabelece uma conexão com o modelo.

Elaborar o método

1 Assumir e nomear método

Os espectros devem ser registrados com as mesmas configurações que os espectros para o desenvolvimento do modelo. A forma mais fácil é assumir o método utilizado para o desenvolvimento do modelo (*ver "Preparar o registro do espectro", página 50*).

- Em **Processos** ► **Métodos**, selecionar o método que foi utilizado para o desenvolvimento do modelo.
- Duplicar o método selecionado ao clicar em .
- Abrir o método duplicado ao clicar duas vezes no nome do método.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ► **Geral**, inserir um nome adequado no campo **Nome**.

2 Inserir o comando PREDICT

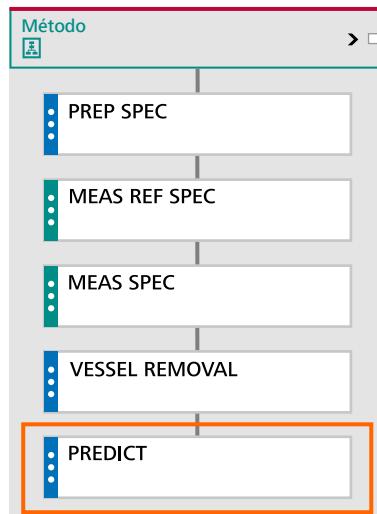
PREDICT cria uma previsão para o espectro registrado.

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Em **Biblioteca** ▶ **Comandos**, procurar o comando **PREDICT** e inserí-lo no método por meio de arrastar e soltar.

Observar a ordem correta dos comandos:

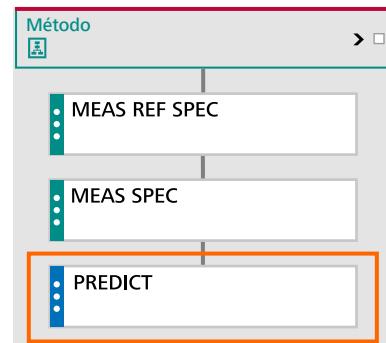
Amostras de líquidos

Estrutura básica



Amostras de sólidos

Estrutura básica



O comando **PREDICT** também pode estar antes ou ao lado do comando **VESSEL REMOVAL**.

3 Configurar parâmetro de comando PREDICT

- Selecionar o comando PREDICT.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .



- Sob **Propriedades** ► **Parâmetros**, definir os parâmetros de comando:
 - **Referenciar espectro**
Abrir a lista **Nome do comando de medição**. Selecionar o nome do comando **MEAS SPEC** que vai registrar o espectro a ser avaliado.
 - **Referenciar o modelo**
Selecionar o **Estrutura** do modelo: **Modelo único** ou **Hierarquia de modelos**.
 - Se a estrutura **Modelo único** foi selecionada, selecionar **Tipo de modelo**: modelo de quantificação, modelo de identificação ou modelo de qualificação.
 - Selecionar o modelo publicado ou a hierarquia de modelos publicada.
- **Quantificação**: Se necessário, selecionar uma correção da interceptação do eixo y / slope.
- **Verificação**: Se o modelo de identificação ou hierarquia de modelos for usado para verificação, ligar a opção **Utilizar para a verificação**.

4 Diversos parâmetros de interesse (quantificação)

Se for necessário prever mais de um parâmetro de interesse para cada amostra (*ver "Diversos parâmetros de interesse (quantificação)", página 161*), proceder da seguinte forma:

- Para cada parâmetro de interesse, inserir um comando **PREDICT**.
Aviso: uma hierarquia de modelos requer apenas um comando **PREDICT**, independentemente do número de modelos de quantificação que contém.
- Para cada comando **PREDICT**, definir o parâmetro de comando da forma descrita anteriormente. Todos os comandos **PREDICT** referenciam o mesmo espectro, mas para cada parâmetro de interesse deve haver um modelo de quantificação diferente.

5 Salvar o método

- Validar o método ao clicar em .
- Salvar o método clicando em  ou pressionando as teclas **[CTRL]+[S]**.



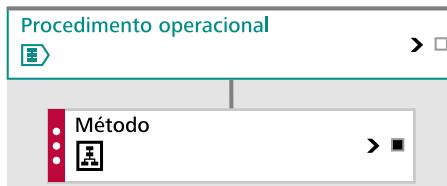
Elaborar o procedimento operacional

1 Criar e nomear o procedimento operacional

- Em **Processos** ▶ **Procedimentos operacionais**, clicar em +. O novo procedimento operacional é exibido em uma guia.
- Abrir a janela **Propriedades** ao clicar em .
- Em **Propriedades** ▶ **Geral**, inserir um nome adequado no campo **Nome**.

2 Inserir o método

- Abrir a janela **Biblioteca** ao clicar em .
- Inserir o método criado ao arrastar e soltar **Biblioteca** ▶ **Métodos** no procedimento operacional.



3 Definir monitoramento de resultado (opcional)

-  Na **Quantificação**, é possível utilizar um monitoramento de resultado. Exemplo: monitorar se o resultado da análise permanece dentro de determinados limites, p. ex., dentro da faixa de valores de referência da amostra de calibração.
- Na **Identificação**, geralmente não é utilizado o monitoramento de resultado. Porém, se necessário, é possível monitorar da mesma forma a variável de comando '**IdentificationProbability.Final.nome do comando**'.

- Clicar em .
- Com um clique em , abrir a janela **Propriedades**.
- Selecionar a subárea **Propriedades** ▶ **Monitoramento de resultado**.
- Clicar em **[Monitorar resultados]**.

- Clicar em  para adicionar um novo monitoramento de resultado:
 - Abrir o diálogo para a variável ao clicar em **(x)**.
 - Selecionar a variável do comando **PREDICT** para o valor previsto. Para quantificação por exemplo: '**Predicted.Quantification.Result.nome do comando**'
 - Se uma variável de hierarquia de modelo com um índice tiver sido selecionada, ajustar o índice no campo de introdução superior conforme necessário, p. ex.: '**Predicted.Quantification{2}.Result.nome do comando**' (*ver capítulo 11.4.1, página 176*)
 - Confirmar a variável selecionada, ao clicar em **[Aplicar]**.
 - Nos campos **Limite de advertência inferior**, **Limite de advertência superior**, **Limite de intervenção inferior** e **Limite de intervenção superior**, definir os limites do modelo de quantificação. Os limites não devem ultrapassar a faixa de valores de referência da amostra de calibração.
Aviso: para os limites de advertência, selecionar uma faixa menor que esteja dentro dos limites de intervenção.
Identificação: no monitoramento da variável de comando '**IdentificationProbability.Final.nome do comando**', selecionar o valor 100 para ambos os limites superiores.
 - **Aviso:** opcionalmente, podem ser definidas ações que serão iniciadas se os valores estiverem fora dos limites. Para que uma ação possa ser selecionada, pelo menos um **Processo opcional Execute on limit** deve estar definido no procedimento operacional.
 - Clicar em  para fechar a área.

4 Exibir os resultados diretamente na lista de amostras (opcional)

Se for necessário exibir os resultados da previsão diretamente na lista de amostras, pode ser definido um campo para dados da subamostra (*ver "Variáveis de comando PREDICT", página 171*).

5 Salvar o procedimento operacional

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar o perfil da amostra

Um perfil da amostra simplifica a criação de diversas amostras do mesmo tipo.

1 Assumir e nomear perfil da amostra

Assumir o perfil da amostra utilizado para o desenvolvimento do modelo (ver "Preparar o registro do espectro", página 50).

- Em **Amostras** ► **Perfis da amostra**, selecionar o perfil da amostra que foi utilizado para o desenvolvimento do modelo.
- Duplicar o perfil da amostra selecionado ao clicar em .
- Abrir o perfil da amostra duplicado ao clicar duas vezes no nome do perfil da amostra.
- Inserir um nome adequado no campo **Nome do perfil da amostra**.

2 Campo de introdução para o nome da amostra

Se necessário, adaptar o valor padrão para o nome da amostra.

Dados da amostra

Nome do campo, curto
Nome

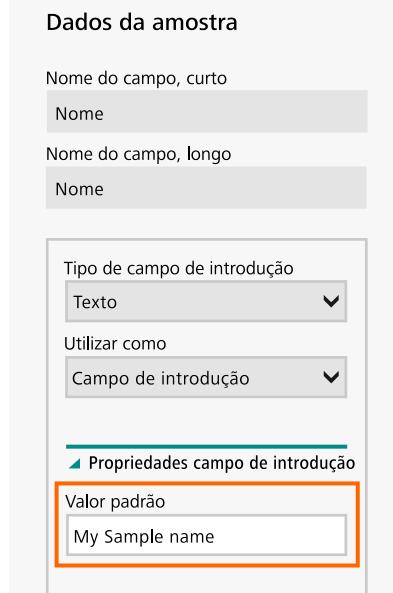
Nome do campo, longo
Nome

Tipo de campo de introdução
Texto

Utilizar como
Campo de introdução

Propriedades campo de introdução

Valor padrão
My Sample name



3 Parâmetros de referência / parâmetros de produto

O perfil da amostra contém dados da amostra para o parâmetro de referência (Quantificação) ou para o parâmetro de produto (identificação, verificação).

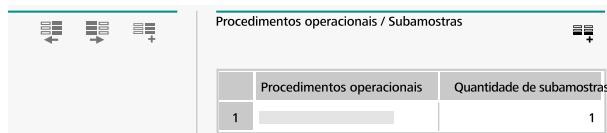
- **Quantificação e identificação:** dados da amostra não são obrigatórios para a previsão. O campo de introdução pode ser excluído ou usado para amostras de controle. As amostras de controle servem para o monitoramento do modelo e do equipamento, assim como para confirmar se o sistema continua a ser adequado para a execução de análises.
- **Verificação:** Nos dados da amostra é definido o produto para o qual a amostra é verificada:
 - **Tipo de campo de introdução:** **Lista de seleção**
 - O campo de introdução do produto deve ser criado para uso como produto: **Utilizar como: Produto**
 - Os elementos da lista com os nomes dos produtos já devem existir.
 - **Valor padrão:** **Vazio**
 - Ativar a caixa de controle **Permitir campo vazio** e **Forçar a entrada**.
- **Qualificação:** dados de amostra específicos não são necessários para previsão.

4 Adicionar outros dados da amostra (opcional)

- Na área **Dados da amostra**, se necessário adicionar um campo de introdução clicando em .

5 Definir o procedimento operacional e o número de subamostras

- Na área **Procedimentos operacionais / Subamostras**, selecionar o procedimento operacional criado.
- Definir a quantidade de subamostras: **1**



6 Salvar o perfil da amostra

- Clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

Elaborar a lista de amostras

1 Criar e nomear a lista de amostras

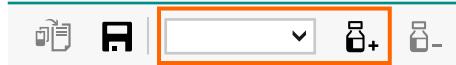
- Em **Amostras > Listas de amostras**, clicar em . Uma nova guia é aberta.

- Inserir um nome adequado no campo **Nome**.

Lista de amostras

2 Adicionar as amostras

- Na lista de seleção à esquerda do ícone +, selecionar o perfil da amostra criado.



A seguir, as amostras adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

- Clicar em + para adicionar uma nova amostra à lista de amostras. Adicionar a quantidade necessária de amostras. Cada linha da lista de amostras contém uma amostra identificada com o ícone . À direita delas seguem os dados da amostra. E, depois disso, segue a subamostra identificada com e os dados da subamostra. As amostras serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado. Cada amostra contém 1 subamostra que utiliza o procedimento operacional definido.

	Nome da amostra	Nome dos parâmetros de referência		N.º	Nome da subamostra	Procedimento operacional
	Amostra 1	%		1	Subamostra 1	
	Amostra 2	%		2	Subamostra 2	
	Amostra 3	%		3	Subamostra 3	

Figura 6 Lista de amostras (exemplo para quantificação)

- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Verificação: se o produto para o qual as amostras estão sendo verificadas já for conhecido:
 - Selecionar o produto no campo de introdução do produto.

3 Salvar a lista de amostras

- Clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

9.2 Iniciar a previsão

ATENÇÃO

Substâncias inflamáveis sobre superfície quente

Risco de incêndio e queimaduras ao derramar substâncias inflamáveis. As amostras podem ser aquecidas a uma temperatura de até 80 °C.

- Evitar fontes de ignição.
- Utilizar proteção de aterramento.
- Utilizar um dispositivo de sucção.
- Eliminar imediatamente líquidos e sólidos derramados.

CUIDADO

Aumento do volume da amostra devido ao aquecimento

Ferimentos e riscos à saúde causados por transbordamento, quebra do recipiente da amostra ou pela tampa lançada com violência.

- Encher o recipiente de amostra somente até a altura mínima de 2 cm. O líquido pode aumentar de volume no espaço restante. Alternativamente, usar tampas com perfurações capilares.
- Pressionar suavemente a tampa para que o recipiente de amostra não seja danificado.

CUIDADO

Frasco de amostra quente

Queimaduras na pele ao entrar em contato com superfícies quentes ou líquidos quentes. O suporte de amostra, os frascos de amostra e as amostras podem ser aquecidos a uma temperatura de até 80 °C.

- Usar equipamentos de proteção pessoal e luvas resistentes a altas temperaturas.
- Eliminar imediatamente líquidos e sólidos derramados.

Iniciar a previsão

Pré-requisitos:

- A previsão está preparada (*ver "Preparar a previsão", página 148*).
- O espectrômetro está reservado (*ver "Reservar e liberar os equipamentos", página 28*).

- O suporte de amostra correto foi colocado. O suporte de amostra deve ser adequado ao recipiente de amostra utilizado.

1 Abrir a lista de amostras

- Se a lista de amostras tiver sido fechada, abrir a lista de amostras em **Amostras** ► **Listas de amostras** ao clicar duas vezes.

i Verificação

Para verificação, o produto para o qual a amostra está sendo verificada deve ser definido nos dados da amostra. O campo de introdução do produto deve ser criado para uso como produto. Maiúsculas/minúsculas não são relevantes.

Somente produtos ou grupos de produto que não foram vinculados a um modelo de identificação na hierarquia de modelos podem ser verificados. A verificação sempre falha para produto ou grupos de produtos de nível hierarquicamente superior.

2 Adicionar outras amostras (opcional)

Se forem necessárias outras amostras:

- Na lista de seleção à esquerda do ícone +, selecionar o perfil da amostra criado.



Amostras novas adicionadas serão criadas conforme as especificações no perfil da amostra selecionado.

- Ao clicar em +, adicionar novas amostras à lista de amostras.
- O nome da amostra e o nome da subamostra podem ser editados, se necessário.
- Verificação: no campo de introdução do produto, selecionar o produto para o qual a amostra será verificada.
- Salvar a lista de amostras: clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

3 Executar as determinações

AVISO

Danos no sensor de temperatura durante o controle de temperatura no recipiente de amostra

Se o recipiente de amostra for retirado enquanto o sensor estiver em contato direto com o recipiente de amostra, o sensor pode ser danificado.

- Só retirar o recipiente de amostra quando a medição estiver terminada e o sensor de temperatura estiver afastado do recipiente de amostra.
- Selecionar a subamostra a ser analisada de uma das seguintes formas:
 - Selecionar a subamostra ao clicar no ícone 
 - Para fins de análise, basta selecionar uma única célula da subamostra.
- Preparar a amostra física correspondente.
Colocar o recipiente de amostra no suporte de amostra.
- Iniciar a determinação ao clicar em . Um número no botão informa quantas subamostras serão executadas.
- O procedimento operacional atribuído à subamostra será iniciado. Seguir eventuais instruções na área **Curvas e dados ▶ Dados online**. Se a temperatura no recipiente de amostra for controlada, retirar o recipiente de amostra somente depois da solicitação.
Após a conclusão bem-sucedida da análise, o status da subamostra é exibido como .
- Executar as determinações para todas as outras amostras da mesma forma.

 A temperatura alvo pode ser no máximo 5,0 K abaixo da temperatura ambiente.

 Se os processos forem adequados para determinações em série, podem ser selecionadas ao mesmo tempo várias subamostras. Alternativamente,  inicia todas as subamostras executáveis em uma lista de amostras.

- Amostras de líquidos: o comando **VESSEL REMOVAL** possibilita determinações em série.
- Amostras de sólidos: para a execução de determinações em série, devem ser previstas ações do usuário (por exemplo, com o comando **WAIT**).

Exibir os resultados

1 Resultados para quantificação, identificação, verificação ou qualificação

- Na lista de amostras, selecionar todas as amostras cujos resultados devam ser exibidos.
- A área **Resultados** ► **Previsões** ► **Visão geral** exibe os resultados das amostras selecionadas.

Exemplo para quantificação:

Resultados		Predições		Visão geral	?	↔
Informação da amostra			Resultados de quantificação			
N.º	Nome da amostra	Nome da subamostra	H2O / %			
1				4.7		
2				6.1		
3				8.0		

 Mais informações podem ser encontradas na área **Resultados** ► **Previsões** ► **Visualização detalhada**.

 Se necessário, os resultados de previsão e outras variáveis de comando podem ser exibidos nos dados da subamostra da lista de amostras (ver "Variáveis de comando **PREDICT**", página 171).

2 Advertência de status para subamostras

- Verificar as subamostras na lista de amostras. No caso de uma advertência de status do resultado, o ícone da subamostra é marcado em vermelho:



- Mantenha o cursor sobre o ícone para exibir informações adicionais. As causas da advertência de status podem ser:
 - Erro no teste de execução antes de determinar a subamostra.
 - Identificação: a identificação da amostra falhou (Não identificado ou Ambíguo).
 - Verificação: a verificação da amostra falhou.
 - Qualificação: a qualificação da amostra falhou.
 - Quantificação: o espectro registrado é um outlier espectral (outlier Hotelling T^2 ou outlier resíduos Q).
 - Quantificação: ultrapassagem dos limites definidos no monitoramento de resultado (consultar o item a seguir).

3 Quantificação: limites de advertência e limites de intervenção

Se um monitoramento de resultado estiver definido no procedimento operacional, o status de monitoramento pode ser verificado da seguinte forma:

- Abrir a área **Resultados** ▶ **Previsões** ▶ **Monitoramento**.
- Selecionar a subamostra cujo status de monitoramento deve ser verificado.

Aviso: caso sejam selecionadas diversas amostras, será exibido o status da última amostra em que o usuário clicou.

Conforme o valor do resultado, é exibido um ícone de status:

- | | |
|--|---|
| | O valor está dentro dos Limites de advertência definidos. |
| | O valor está fora dos Limites de advertência definidos, mas está dentro dos Limites de intervenção definidos. |
| | O valor está fora dos Limites de intervenção definidos. |

4 Verificação visual dos espectros (opcional)

- Abrir a área **Curvas e dados** ▶ **Curvas**.
- Exibir o espectro individual:
 - Na lista de amostras, selecionar a subamostra correspondente (marcada com o ícone).
- Exibir vários espectros:
 - Ativar a sobreposição de curvas clicando em .
 - Selecionar várias subamostras na lista de amostras usando as teclas **[CTRL]** ou **[SHIFT]**.
- Verificar os espectros (*ver capítulo 11.3, página 167*).

9.3 Diversos parâmetros de interesse (quantificação)

Para prever diversos parâmetros de interesse quantitativos para cada amostra, utilizar as seguintes modificações no desenvolvimento do modelo e na preparação da previsão.

Amostras para o desenvolvimento de modelos de quantificação

- Preparar o registro do espectro

No perfil da amostra, adicionar um campo de introdução separado para cada parâmetro de referência.

Dados da amostra		
Nome do campo curto H2O	Nome do campo curto Methyl acetate	Nome do campo curto Methanol
Nome do campo longo	Nome do campo longo	Nome do campo longo
<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 33%;"> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Tipo de campo de introdução Número</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Usar como Campo de introdução</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Campo de introdução Propriedades</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor padrão</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor mínimo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor máximo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Unidade %</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Campo editável </div> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Permitir campo vazio </div> <div style="flex: 1;"> <input type="checkbox"/> Entrada obrigatória </div> </div> </div> <div style="width: 33%;"> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Tipo de campo de introdução Número</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Usar como Campo de introdução</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Campo de introdução Propriedades</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor padrão</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor mínimo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor máximo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Unidade %</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Campo editável </div> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Permitir campo vazio </div> <div style="flex: 1;"> <input type="checkbox"/> Entrada obrigatória </div> </div> </div> <div style="width: 33%;"> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Tipo de campo de introdução Número</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Usar como Campo de introdução</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Campo de introdução Propriedades</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor padrão</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor mínimo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Valor máximo</div> <div style="border: 1px solid #ccc; padding: 5px; margin-bottom: 5px;">Unidade %</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Campo editável </div> <div style="flex: 1;"> <input checked="" type="checkbox"/> Permitir campo vazio </div> <div style="flex: 1;"> <input type="checkbox"/> Entrada obrigatória </div> </div> </div> </div>		

A lista de amostras contém um campo de introdução para cada parâmetro de referência.

Nome da amostra	H2O	Methyl acetate	Methanol
	%	%	%
	%	%	%
	%	%	%
	%	%	%

- Registrar espectros

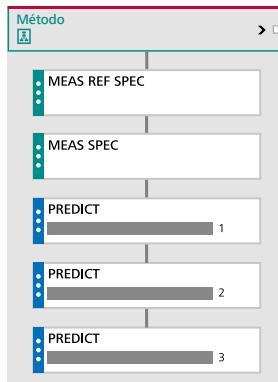
Registrar os espectros como de costume.

Desenvolver modelos de quantificação

- Para cada propriedade, criar um modelo de quantificação separado usando o respectivo parâmetro de referência.

Preparar a previsão

- Nos métodos após o comando **MEAS SPEC** e, se disponível, após o comando **VESSEL REMOVAL**, adicionar uma quantidade de comandos **PREDICT** igual à quantidade existente de parâmetros de referência.



- Dar a cada comando **PREDICT**, em **Propriedades ▶ Geral**, um nome adequado.
- Para cada comando **PREDICT**, em **Propriedades ▶ Parâmetros**, referenciar o espectro e o modelo:
 - Referenciar espectro**
Abrir a lista **Nome do comando de medição**. Selecionar o nome do comando MEAS SPEC que vai registrar o espectro a ser avaliado.
 - Referenciar o modelo**
Selecionar o **Estrutura** do modelo: **Modelo único**
 - Selecionar o Tipo de modelo: Modelo de quantificação**
Selecionar o modelo publicado. Selecionar também Correção da interceptação do eixo y / slope, se necessário.

10 Intervalos de teste e intervalos de manutenção

10.1 Testes de desempenho do equipamento

Os testes de desempenho do equipamento devem ser executados regularmente.

Tarefa	Comando OMNIS	Intervalo de execução recomendado	Resultado
Teste de comprimento de onda	TEST WL	<p>Setor não regulamentado: a cada 1 ou 2 semanas (modo de medição interno)</p> <p>Setor regulamentado:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Diariamente: modo de medição interno ▪ Semanalmente: modo de medição externo 	A exatidão e a precisão do comprimento de onda devem estar dentro da tolerância predefinida.
Teste de ruído	TEST NOISE	<p>Setor não regulamentado: a cada 1 ou 2 semanas (modo de medição interno)</p> <p>Setor regulamentado:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Diariamente: modo de medição interno ▪ Semanalmente: teste Low-Flux e teste High-Flux 	O ruído deve estar dentro da tolerância predefinida.
Linearidade fotométrica	TEST PHOTO-METRIC LINEARITY	Setor regulamentado: semanalmente	A linearidade fotométrica está dentro da tolerância especificada.

Caso um teste falhe:

- Para a apresentação de amostras de líquidos: verificar se a janela de medição está suja e, caso necessário, limpar.
- Verificar as horas de funcionamento do módulo de lâmpadas. Se necessário, substituir a lâmpada.



- Repetir os testes de desempenho do equipamento.
 - Se o teste de comprimento de onda falhar, repetir a calibração do comprimento de onda. Depois disso, se o teste de comprimento de onda falhar novamente, entrar em contato com o representante técnico da Metrohm local.
 - Se o teste de ruído falhar, entrar em contato com o representante técnico da Metrohm local.
 - Se o teste da linearidade fotométrica falhar, entrar em contato com o representante técnico da Metrohm local.

10.2 Calibração do comprimento de onda

Após determinadas ações, deve ser executada uma calibração do comprimento de onda para o equipamento no OMNIS Software. (ver "[Iniciar a calibração do comprimento de onda](#)", [pagina 37](#))

Tarefa	Comando OMNIS	Intervalo de execução recomendado	Resultado
Calibração do comprimento de onda	CAL WL e VAL WL	Após trocar componentes de hardware.	O eixo x do espectro está calibrado.
		Após o transporte do equipamento por tempo prolongado.	

10.3 Manutenção do equipamento

A manutenção do equipamento deve ser feita regularmente.

Tarefa	Intervalo de execução	Resultado
Manutenção pelo representante técnico da Metrohm local	Anualmente.	O equipamento continua correspondendo às especificações técnicas.
	Caso necessário, com maior frequência.	As esponjas de filtragem foram substituídas.
		O padrão de comprimento de onda interno foi recertificado.



 **Recertificar os padrões de referência externos**

Se padrões de referência forem usados para testes de desempenho do equipamento externos, esses padrões deverão ser recertificados periodicamente.

- Observar a próxima data de calibração recomendada no certificado.

11 Anexo

11.1 Relatórios

No OMNIS Software, há diversas opções para a criação automática ou manual de relatórios (consultar a [Metrohm Knowledge Base](#)).

- 1** Geralmente, os relatórios informam o nome do usuário informado no Windows, que pode ser diferente do nome do usuário no OMNIS.

11.2 Manuseio de tabelas

Tabelas em modelos e hierarquias de modelos podem ser manuseadas conforme descrito abaixo. As técnicas descritas também podem ser utilizadas para outras tabelas.

Maximizar e minimizar a área

- Maximizar a subárea que contém a tabela com um clique em 
- Minimizar a subárea com um clique em 

Alterar as larguras de coluna

- Posicionar o cursor na barra de título entre a primeira e a segunda coluna.
O cursor muda para .
- Com o botão esquerdo do mouse pressionado, deslocar o cursor para a direita ou para a esquerda.
- Quando a largura desejada para a primeira coluna for atingida, solte o botão do mouse.
- Ajustar as outras colunas uma após a outra da mesma maneira.

Ordenar as linhas da tabela

- Clicar no título de uma coluna para ordenar as linhas em relação a essa coluna.
- Se necessário, inverter a ordem de classificação clicando novamente no título de coluna.

Selecionar uma ou várias linhas da tabela

Nova seleção:

- Clicar em uma única linha.
ou

- Na lista de visão geral dos modelos, também é possível mover por várias linhas mantendo pressionado o botão esquerdo do mouse.

Alterar a seleção:

- Com a tecla **[CTRL]** pressionada, clicar em uma única linha.
A seleção da linha é invertida. A seleção das linhas restantes permanece inalterada.
ou
- Com a tecla **[SHIFT]** pressionada, clicar em uma linha.
Todas as linhas a partir da última linha clicada sem a tecla **[SHIFT]** até a linha atual são selecionadas. As linhas restantes são desmarcadas.
ou
- Clicar em uma linha enquanto mantém pressionada a combinação de teclas **[CTRL]+[SHIFT]**.
Todas as linhas a partir da última linha clicada até a linha atual são selecionadas. A seleção das linhas restantes permanece inalterada.
ou
- Selecionar todas as linhas com **[CTRL]+[A]**.

Copiar a tabela para a área de transferência do Windows

Copiar a tabela inteira:

1. Clicar na tabela com o botão direito do mouse.
2. No menu de contexto, selecionar **[Copiar tabela]**.

Copiar uma ou várias linhas da tabela:

1. Selecionar as linhas desejadas.
2. Selecionar as linhas selecionadas e copiá-las com a combinação de teclas **[CTRL]+[C]**.

A tabela ou linhas da tabela podem agora ser inseridas em qualquer arquivo.

11.3 Manuseio de diagramas

Diagramas em modelos e hierarquias de modelos podem ser manuseadas conforme descrito abaixo. Algumas das técnicas descritas também podem ser usadas para outros diagramas, p. ex., para os espectros na lista de amostras.

Maximizar e minimizar a área

- Maximizar a subárea que contém o diagrama com um clique em 
- Minimizar a subárea com um clique em 

Exibir e ocultar a janela de detalhes

Alguns gráficos contêm uma janela de detalhes ou uma legenda. A janela pode ser ocultada e exibida:



1. Clicar com o botão direito no diagrama.
2. No menu de contexto, selecionar **[Exibir/ocultar janela de detalhes]**.

Fazer zoom

Fazer zoom com a roda do mouse:

1. Posicionar o cursor no diagrama.
2. Com a roda do mouse, girar para frente para aumentar e para trás para diminuir.
 - a. Fazer zoom apenas verticalmente: pressionar a tecla **[CTRL]** ao mesmo tempo.
 - b. Fazer zoom apenas horizontalmente: pressionar a tecla **[SHIFT]** ao mesmo tempo.

Fazer zoom com o botão do mouse:

- Com o botão esquerdo do mouse pressionado, expandir uma área começando no canto inferior esquerdo ou superior esquerdo. ou
- Manter pressionadas as teclas **[CTRL]+[SHIFT]** e pressionar o botão esquerdo do mouse para ampliar e o botão direito do mouse para diminuir.
 - Fazer zoom somente verticalmente: com a tecla **[CTRL]** pressionada, pressionar o botão esquerdo do mouse para ampliar e o botão direito do mouse para diminuir.
 - Fazer zoom somente horizontalmente: com a tecla **[CTRL]** pressionada, pressionar o botão esquerdo do mouse para ampliar e o botão direito do mouse para diminuir.

Fazer zoom com os elementos de zoom:

1. Posicionar o cursor sobre um dos elementos de zoom verdes no começo ou no fim do eixo x ou do eixo y.
O cursor muda para
2. Com o botão esquerdo do mouse pressionado, mover o cursor ao longo do eixo ou além do eixo.
3. Assim que a visualização desejada for alcançada, soltar o botão do mouse.

Deslocar a área exibida

Deslocar na direção desejada:

1. Posicionar o cursor no diagrama.
2. Deslocar a área exibida em uma direção desejada mantendo o botão direito do mouse pressionado.
3. Assim que a visualização desejada for alcançada, soltar o botão do mouse.

- Em telas sensíveis ao toque: tocar e manter o toque. Em seguida, deslocar a área exibida.

Deslocar a curva verticalmente ou horizontalmente:

1. Posicionar o cursor sobre a faixa de números do eixo x ou do eixo y.
2. Deslocar a área exibida usando um dos seguintes métodos:
 - a. Girar a roda do mouse.
 - a. Mover-se ao longo do eixo com o botão esquerdo do mouse pressionado.

Restaurar o diagrama para a visualização padrão

- Clicar com o botão direito no diagrama. No menu de contexto, selecionar **Restaurar visualização**.
- ou
- Com o botão esquerdo do mouse pressionado, expandir uma área da direita para a esquerda.

Selecionar vários pontos ou curvas

- Com a tecla **[CTRL]** pressionada, clicar nos pontos ou curvas um após o outro.
A seleção do ponto ou da curva é agora invertida. A seleção dos pontos ou curvas restantes permanece inalterada.

Para os diagramas **Gráfico de influência**, **Gráfico de scores** e **Diagrama de correlação** um modo de seleção múltipla adicional também está disponível:



- **Ativar a seleção múltipla**

Clicar em **Ativar a seleção múltipla**.

Uma parte das funções acima para personalização do diagrama é substituída pelas seguintes funções.

- **Nova seleção**

Com o botão esquerdo do mouse pressionado, expandir uma área.

Todos os pontos dentro da área são selecionados. Os pontos fora da área são desmarcados.

- **Expandir a seleção**

Com o botão **[SHIFT]** pressionado, clicar em pontos individuais ou expandir uma área.

Os pontos correspondentes são selecionados. A seleção dos pontos restantes permanece inalterada.

- **Reduzir a seleção**

Com o botão **[ALT]** pressionado, clicar em pontos individuais ou expandir uma área.

Os pontos correspondentes são desmarcados. A seleção dos pontos restantes permanece inalterada.

- **Inverter a seleção**

Com o botão **[CTRL]** pressionado, clicar em pontos individuais ou expandir uma área.

A seleção dos respectivos pontos é invertida. A seleção dos pontos restantes permanece inalterada.

- **Cancelar a seleção**

Clicar na área vazia do diagrama.

- **Desativar a seleção múltipla**

Clicar em **Desativar a seleção múltipla**, para poder usar as funções padrão de modo a personalizar o diagrama novamente.

Copiar o diagrama para a área de transferência do Windows

1. Clicar com o botão direito no diagrama.
2. No menu de contexto, selecionar **[Copiar diagrama]**.

O diagrama pode agora ser inserido em qualquer arquivo.

Diagrama na lista de amostras

i Sobreposição de curvas

Exibir vários espectros juntos em uma lista de amostra:

- Abrir **Curvas e dados** ► **Curvas** na lista de amostras.
- Ativar a sobreposição de curvas clicando em . Se o ícone não estiver visível, ampliar a área arrastando a barra de separação.
- Selecionar várias subamostras na lista de amostras usando as teclas **[CTRL]** ou **[SHIFT]**.

Para exibir todos os espectros na lista de amostras, clicar em  ou .

11.4 Variáveis de comando PREDICT

O OMNIS Software oferece diferentes categorias de variáveis, p. ex. dados da amostra, dados da subamostra, variáveis de método, variáveis de comando ou variáveis do sistema.

O software cria alguma dessas variáveis automaticamente. Também é possível criar variáveis adicionais, se necessário. Ao utilizar variáveis, também é necessário considerar o tipo de dados da variável (**número**, **texto** ou **data/hora**).

As variáveis podem ser utilizadas para cálculos adicionais, emitidas em relatórios como resultado ou, p. ex. no comando **IF** inseridas como condição.

Na área de trabalho **Amostras** aparecem os dados da amostra **(1)** e os dados da subamostra **(2)** aparecem na lista de amostras:



i Para criar os **Dados da amostra**, editar o perfil da amostra.

Para criar os **Dados da subamostra**, editar o procedimento operacional.

Exibir resultados de previsão como dados da subamostra

Como exemplo, as seguintes variáveis de comando **PREDICT** devem aparecer nos dados da subamostra (ver [capítulo 2.3.1, página 19](#)):

- Quantificação: **Predicted.Quantification.Result.nome do comando**
Valor previsto para o parâmetro de interesse.

- Identificação: **Product.Identification.Result.nome do comando**
O produto determinado ou o grupo de produtos determinados da amostra identificada. Se a identificação falhar, a variável permanece vazia.

Pré-requisito:

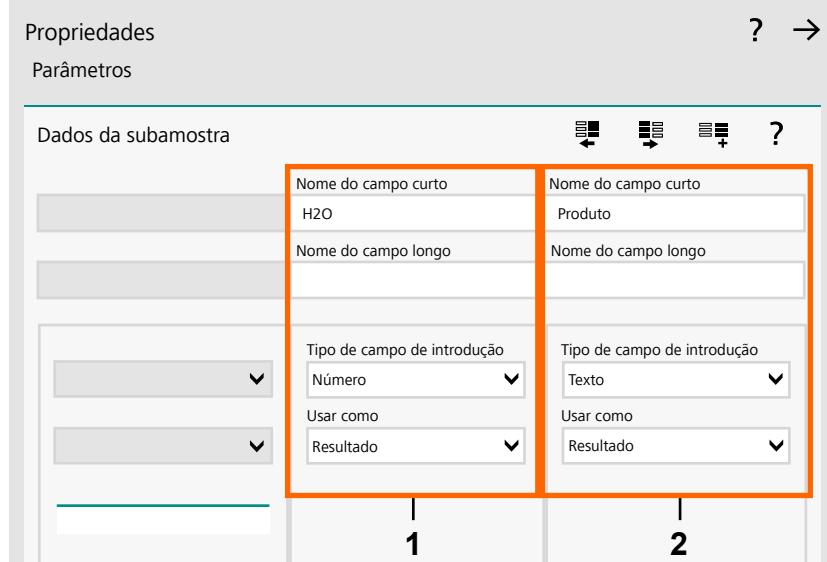
Para a preparação da previsão, foi criado um método e um procedimento operacional (ver "Preparar a previsão", página 148).

1 Criar dados da subamostra

- Abrir o procedimento operacional correspondente.
- Clicar em  **Procedimento operacional** ➔.
- Abrir **Propriedades** ➔ **Parâmetros**.
- Clicar em  + para criar um campo de dados da subamostra.
 - Informar como **Nome do campo, curto** um nome adequado para o resultado previsto ou inserir o produto determinado.
 - Quantificação**: para a criação de um campo de dados numérico como **Tipo de campo de introdução**, selecionar a opção **Número**.
 - Identificação**: para a criação de um campo de dados numérico como **Tipo de campo de introdução**, selecionar a opção **Texto**.
 - O campo de dados deve ser preenchido com o resultado de um comando **CALC**. Portanto, selecionar em **Utilizar como** a opção **Resultado**.

Aviso: campos de entrada para um **Resultado** não podem ser editados manualmente.

Exemplo para quantificação (1) e para identificação (2):



- Salvar o procedimento operacional: clicar em ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.
- i** O nome de variável para os dados da subamostra criados depende do **Nome do campo, curto** selecionado: '*Nome do campo curto.CurrentSubsampleData*'
- i** Quantificação: se forem previstos vários parâmetros de interesse para cada amostra, criar vários dados da subamostra para os resultados previstos.

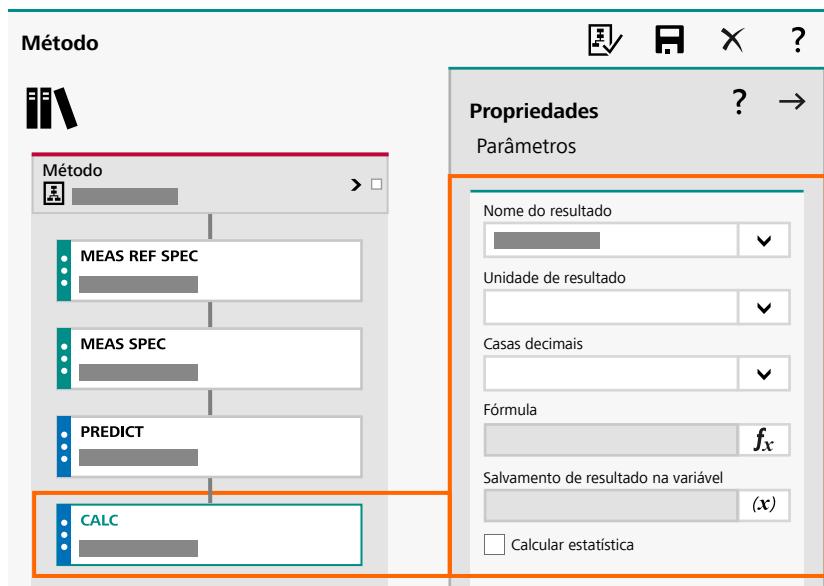
2 Inserir um comando **CALC** para o resultado previsto

Preencher os dados da subamostra criados com o resultado de um comando **CALC**:

- Abrir o método correspondente.
- Inserir um comando **CALC**.
- Ordenar o comando **CALC** abaixo do comando **PREDICT**.

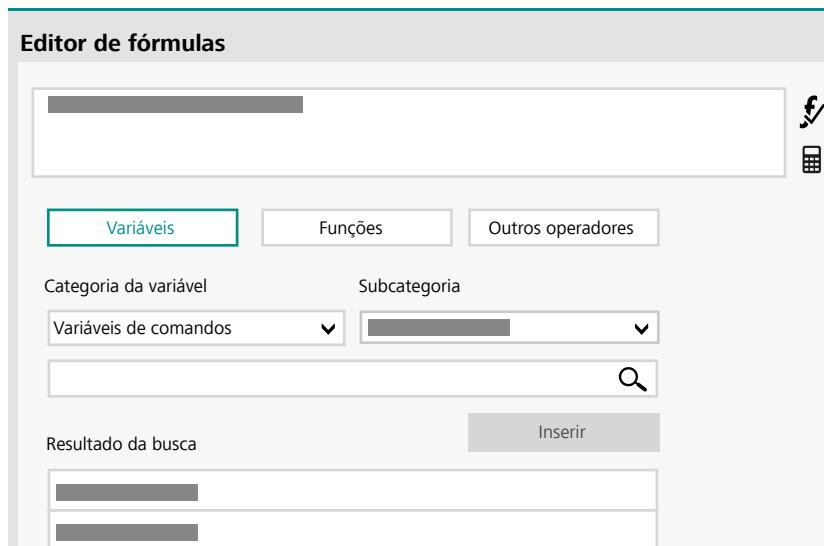
Calcular valor a ser exibido

- Selecionar o comando **CALC** e abrir **Propriedades** ► **Parâmetros**.
 - Informar como **Nome do resultado** um nome adequado para o resultado previsto ou inserir o produto determinado.
 - Quantificação: inserir a **Unidade de resultado** e a quantidade de **Casas decimais** necessários.



Calcular a estatística é utilizado em várias subamostras de uma amostra. Desativar **Calcular a estatística**.

- No campo **Fórmula**, clicar em **fx** para abrir o editor de fórmulas.

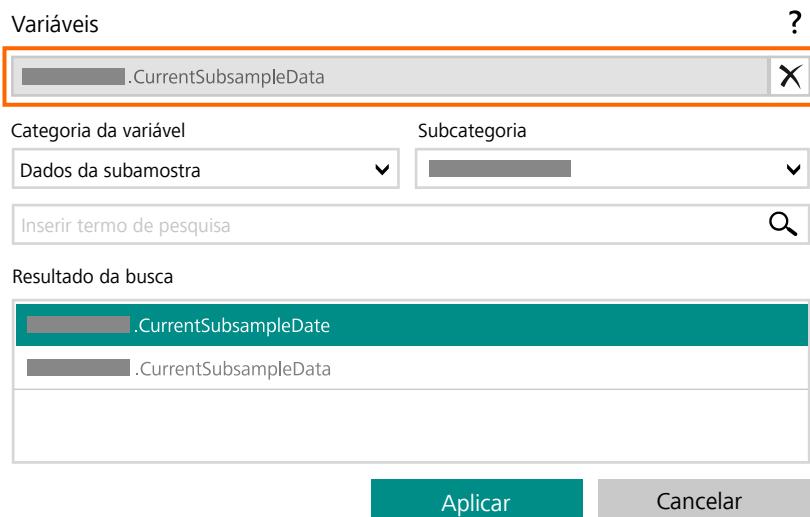


- Criar uma fórmula usando a categoria da variável **Variáveis de comando**. Para a exibição do resultado, a fórmula deve ser composta de somente uma única variável de comando **PREDICT**:
 - Identificação: **Product.Identification.Result.nome do comando**
 - Quantificação: **Predicted.Quantification.Result.nome do comando**
Se uma variável de hierarquia de modelo com um índice tiver sido selecionada, ajustar o índice no campo de introdução superior conforme necessário, p. ex.: '**Predicted.Quantification{2}.Result.nome do comando**' (*ver capítulo 11.4.1, página 176*)
- Verificar a validade da fórmula inserida ao clicar em .
- **Aviso:** o resultado da previsão será gerado somente após o tempo de execução de uma determinação. Portanto, ao clicar em  durante o cálculo da fórmula será exibido o resultado **Inválido**.
- Fechar o editor de fórmulas ao clicar em .

Salvar o valor calculado nos dados da subamostra

- No campo **Salvar o resultado como variável**, clicar em .
- Selecionar a categoria da variável **Dados da subamostra**.
- Como subcategoria, selecionar o procedimento operacional correspondente.
O Resultado da busca exibe os dados da subamostra definidos no procedimento operacional selecionado.
- Selecionar a nova variável criada.

A variável selecionada será inserida no campo **Variáveis**.



- Clicar em **Aplicar**.

- Salvar o método: clicar em  ou pressionar as teclas **[CTRL]+[S]**.

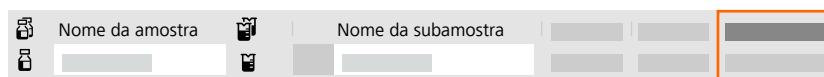
Quantificação: se forem previstos vários parâmetros de interesse para cada amostra, inserir um comando **CALC** para cada resultado criado.

Analisar amostras

1 Abrir a lista de amostras

- Se a lista de amostras tiver sido fechada, abrir a lista de amostras em **Amostras** ► **Listas de amostras** ao clicar duas vezes.

2 Na lista de amostras, para cada amostra que ainda não foi analisada é exibido um campo para os dados da subamostra criados:



Após a previsão, esse campo exibe o resultado.

Identificação: se a identificação falhar, o resultado permanece vazio.

Outras variáveis

Da mesma forma descrita anteriormente, podem ser exibidas outras variáveis nos dados da subamostra ([ver capítulo 2.3.2, página 21](#)).

11.4.1 Hierarquia de modelos – índice para modelos de quantificação

Uma hierarquia de modelos pode conter vários modelos de quantificação.

Para que as variáveis de comando **PREDICT** possam distinguir entre os modelos de quantificação, são usados números de índice.

O primeiro modelo de quantificação vinculado a um produto ou grupo de produto específico obtém o índice 1. Se modelos de quantificação adicionais estiverem vinculados ao mesmo produto ou grupo de produto, o índice é incrementado. A incrementação ocorre com base na ordem dos modelos de quantificação na hierarquia de modelos.

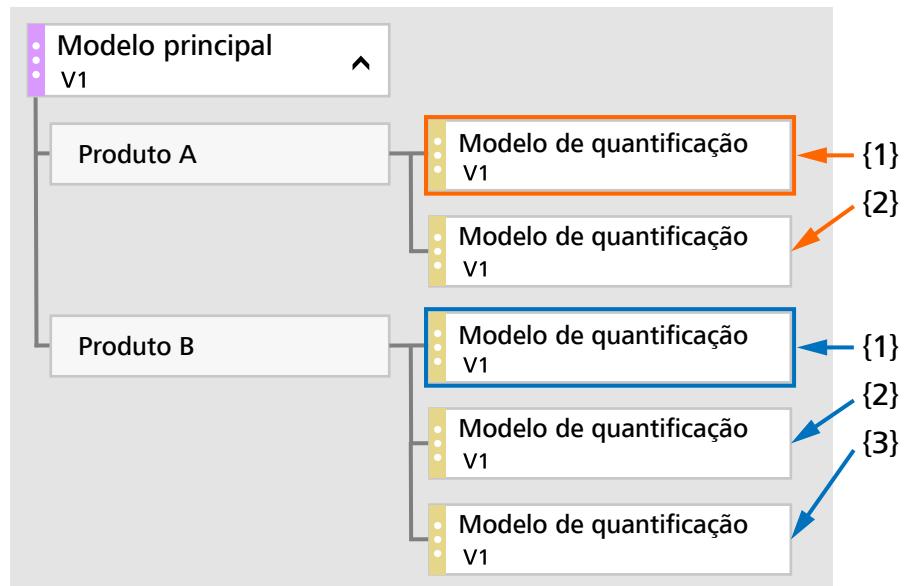


Figura 7 Números do índice para modelos de quantificação em uma hierarquia de modelos

As variáveis de comando **PREDICT** fazem referência ao modelo de quantificação por meio do número do índice.

Exemplo: '**Predicted.Quantification{1}.Result**.*nome do comando*'

Se uma amostra for identificada como produto A durante a previsão, todos os modelos de quantificação vinculados ao produto A serão utilizados. Neste caso, a variável de comando acima faz referência ao modelo de quantificação vinculado ao produto A com índice 1 (emoldurado em laranja na imagem).

Se uma amostra for identificada como produto B, a variável de comando acima faz referência ao modelo de quantificação vinculado ao produto B com índice 1 (destacado em azul na imagem).

Se a variável de comando para o modelo de quantificação com moldura azul for usada de uma maneira diferente do modelo de quantificação com moldura laranja, um comando **IF** pode limitar a edição a um pertencimento de produto específico.

11.5 Exportar e importar modelos

Um modelo pode ser exportado e importado para ser utilizado em outra instalação OMNIS.

Exportar modelo

1 Abrir diálogo de exportação

- Abrir uma das seguintes subáreas:
 - **Modelos** ► **Modelos de quantificação**
 - **Modelos** ► **Correções da interceptação do eixo y / inclinação**
 - **Modelos** ► **Modelos de identificação**
 - **Modelos** ► **Modelos de qualificação**
 - **Modelos** ► **Hierarquias de modelos**
- Clicar em .

Um diálogo de exportação é aberto.

2 Criar um arquivo de exportação

- Todos os modelos, exceto correções da interceptação do eixo y / slope: selecionar **Tipo de exportação**:
 - Um modelo **Tipo full** está completo e em condições de funcionar. Após ser novamente importado, ele pode ser editado e salvo.
 - Se o modelo tiver sido publicado, a última versão publicada pode ser exportada como **Tipo light**. Este modelo pode ser utilizado somente para previsões.
- Se necessário, adaptar a pasta de destino e o nome do arquivo.

i Os seguintes caracteres especiais ou cadeias de caracteres não devem ser usados: > < : " /\ | * ? e CON, PRN, AUX, NUL, de COM1 até COM9, de LPT1 até LPT9.

- Com um clique em **[Exportar]**, criar o arquivo de exportação.

O modelo será exportado na pasta informada.

Importar modelo

1 Abrir o diálogo de importação

- Abrir uma das seguintes subáreas:
 - [Modelos > Modelos de quantificação](#)
 - [Modelos > Correções da interceptação do eixo y / inclinação](#)
 - [Modelos > Modelos de identificação](#)
 - [Modelos > Modelos de qualificação](#)
 - [Modelos > Hierarquias de modelos](#)
- Clicar em .

2 Abrir o arquivo

- Selecionar a pasta e o arquivo *.opmo ou *.osic.
- Clicar em **[Abrir]**.

O modelo é importado no OMNIS Software.

11.6 Troca de XDS/DS Analyzer (quantificação)

Na troca de um DS2500 ou XDS Analyzer, os espectros e parâmetros de referência utilizados para a criação de um modelo de quantificação para XDS/DS Analyzer podem ser importados no OMNIS Software. Com esses dados, um modelo de quantificação pode ser desenvolvido.

No segundo passo, é criado um modelo de correção da interceptação do eixo y / slope. Para isso, são utilizados espectros registrados com o OMNIS Software. Os valores de referência desses espectros devem ser conhecidos.

Para a correção da interceptação do eixo y / slope, são usadas menos amostras do que para o desenvolvimento do modelo de quantificação:

- Para um valor estimado confiável do viés, são necessárias pelo menos 20 amostras.
- Para um valor estimado confiável do slope, são necessárias pelo menos 30 amostras.

Desenvolver modelo de quantificação

Pré-requisito:

- Está disponível o arquivo de espectros (.da) em que os espectros XDS/DS estão contidos.

- Na mesma pasta, está disponível o arquivo de parâmetro de referência (.cn) em que os parâmetros de referência estão contidos.

1 Criar e nomear modelo de quantificação

- Em **Modelos** ► **Modelos de quantificação**, clicar em .
- Inserir um nome adequado no campo de introdução **Nome do modelo de quantificação**.

2 Importar espectros

- Clicar em **Importação XDS/DS**.

Criar modelo de quantificação

Nome do modelo de quantificação

- Clicar em .
- Selecionar o arquivo de espectro (.da) a ser importado.
- Confirmar a seleção clicando em **[Abrir]**.
- Clicar em **[Continuar]**.

3 Selecionar o parâmetro de referência

- Selecionar os parâmetros de referência da lista **Parâmetro de referência / Unidade**.
- No campo de introdução **Unidade dos parâmetros de referência**, selecionar a unidade dos parâmetros de referência.

Todos os espectros que tiverem as designações selecionadas dos parâmetros de referência serão adicionados ao modelo de quantificação.

4 Desenvolvimento de modelo automático ou manual

Há disponíveis diversas possibilidades para o desenvolvimento de modelos:

- Desenvolvimento de modelo automático com o **OMNIS Model Developer (OMD)**: clicar em **[Iniciar OMD]**.
Continuar com o *capítulo 5.2, Desenvolvimento de modelo automático – OMD, página 69*.
- Desenvolvimento de modelo manual: clicar em **[Criar]**.
Continuar com o *capítulo 5.3, Desenvolvimento de modelo manual, página 72*.

5 Desenvolvimento de modelo automático ou manual

i Se for necessário adaptar manualmente a seleção da amostra primeiro para desenvolver o modelo automaticamente depois, continuar com o desenvolvimento de modelo manual.

- **Desenvolvimento de modelo automático:** clicar em **[Iniciar OMD]**.

Continuar com o *capítulo 5.2, Desenvolvimento de modelo automático – OMD*, página 69.

- **Desenvolvimento de modelo manual:** clicar em **[Criar]**.

Continuar com o *capítulo 5.3, Desenvolvimento de modelo manual*, página 72.

6 Publicar o modelo

- Publicar o modelo de quantificação (ver "Publicar o modelo de quantificação", página 95).

Amostras para a correção da interceptação do eixo y / slope

Toda amostra para a correção da interceptação do eixo y / slope precisa de:

- Um valor de referência para o parâmetro a ser corrigido.
- Um espectro.
- Um valor calculado para cada espectro.

1 Coletar amostras

- Coletar as amostras físicas para a correção da interceptação do eixo y / slope como se fossem amostras para o desenvolvimento de um modelo de quantificação (ver *capítulo 4*, página 49). Uma quantidade pequena de amostras é suficiente.

2 Preparar registro do espectro e previsão

- Criar um método, um procedimento operacional, um perfil da amostra e uma lista de amostras como se fossem amostras para o desenvolvimento de um modelo de quantificação (ver "Preparar o registro do espectro", página 50). Mas:

- **Método**

No método, após o comando **MEAS SPEC** e, se disponível, após o comando **VESSEL REMOVAL**, adicionar um comando **PREDICT**.

Como parâmetro de comando **PREDICT**, informar o seguinte:

- **Nome do comando de medição**
- O **Modelo de quantificação** desenvolvido com os espectros importados.

3 Registrar os espectros e prever os parâmetros de interesse

- Registrar os espectros e prever os parâmetros de interesse como se fossem amostras para o desenvolvimento de um modelo de quantificação (*ver "Registrar os espectros", página 61*).

A seguir, cada amostra terá um espectro, um valor de referência e um valor previsto.

Com diversos parâmetros de interesse, cada amostra terá um espectro e, para cada parâmetro de interesse um valor de referência e um valor previsto.

Criar a correção da interceptação do eixo y / slope

- Criar uma correção da interceptação do eixo y / slope. Para isso, são utilizados espectros registrados com o OMNIS Software. Os valores de referência desses espectros devem ser conhecidos.
(*ver "Correção da interceptação do eixo y / slope", página 96*)

Previsão

1 Preparar a previsão

- Preparar os processos necessários para a previsão (*ver "Preparar a previsão", página 148*).
Ao fazer isso, informar no comando **PREDICT** o modelo de quantificação e a respectiva correção da interceptação do eixo y / slope.

2 Executar previsão

- Executar a previsão (*ver "Iniciar a previsão", página 156*).

i A execução da análise deve ser monitorada com amostras controle. Amostras controle devem ser analisadas tanto com o método espectroscópico quanto com o método de referência. Os resultados de ambos os métodos podem ser comparados.

11.7 Fluxo de trabalho para OMNIS NIR Analyzer

Para analisar amostras com um OMNIS NIR Analyzer, o OMNIS Software executa as seguintes tarefas:

1. Preparar o aparelho:
 - a. Configuração do equipamento
 - b. Calibração do comprimento de onda e validação
 - c. Testes de desempenho do equipamento
2. Registrar espectros das amostras de calibração
3. Registrar valores de referência das amostras de calibração
4. Desenvolver modelos
5. Prever parâmetros de interesse
6. Teste de desempenho do equipamento: se necessário, repetir.

Nas seguintes seções, serão esclarecidos os respectivos fluxos de trabalho no OMNIS Software.

Preparar o aparelho

Antes de poder registrar espectros, o equipamento deve ser preparado. Uma das medidas de preparação é executar uma calibração do comprimento de onda.

A seguinte *figura 8* ilustra uma calibração do comprimento de onda a título de exemplo. O método é esclarecido com base em um único comando.

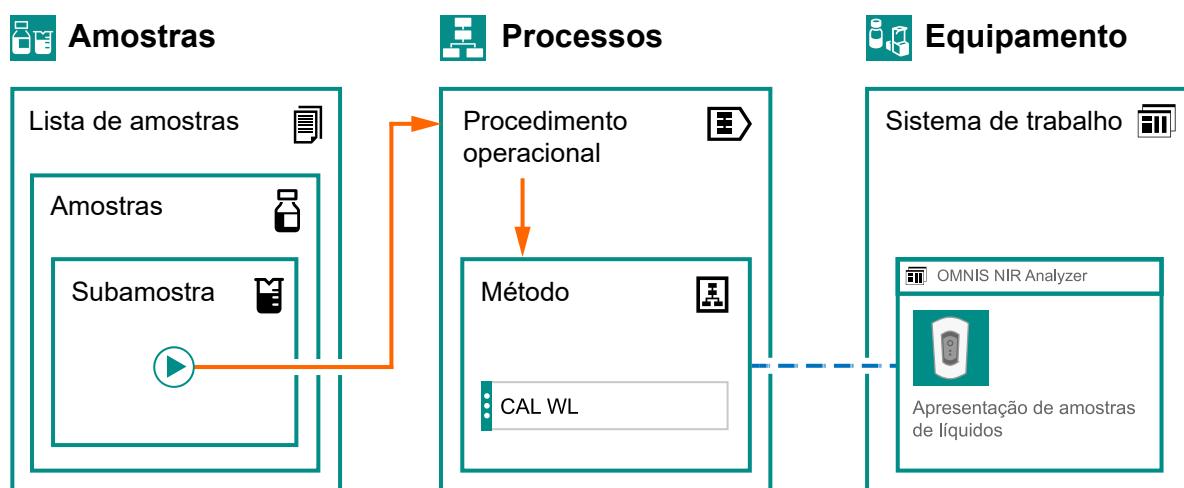


Figura 8 Definições do equipamento



Vinculações no OMNIS Software.



Um sistema de trabalho está atribuído ao método.

A barra de funções **Amostras** contém uma lista de amostras com uma amostra. A amostra contém uma subamostra. Um procedimento operacional está atribuído à subamostra.

Normalmente, as amostras servem para analisar amostras reais. Mas, neste caso, a amostra serve para executar uma calibração do comprimento de onda. Assim que a respectiva subamostra for iniciada, os seguintes passos serão executados:

1. A subamostra inicia o procedimento operacional atribuído.
 2. O procedimento operacional executa o método contido nele.
 3. O método executa o comando **CAL WL**. O comando é executado com o sistema de trabalho atribuído ao método.

O sistema de trabalho contém um dispositivo do equipamento OMNIS NIR Analyzer. Esse equipamento executa uma calibração do comprimento de onda. Os dados da calibração são salvos no equipamento.

Registrar valores de referência ou nomes de produtos

Para poder criar um modelo, é necessário registrar um valor de referência (quantificação) ou um nome do produto (identificação) para cada amostra de calibração e amostra de validação. Para qualificação, é preciso saber se as amostras individuais devem ser classificadas como positivas ou negativas.

Exemplo para quantificação

A seguinte *figura 9* mostra o registro de um valor de referência para o parâmetro de interesse, p. ex., o teor de água em uma amostra.

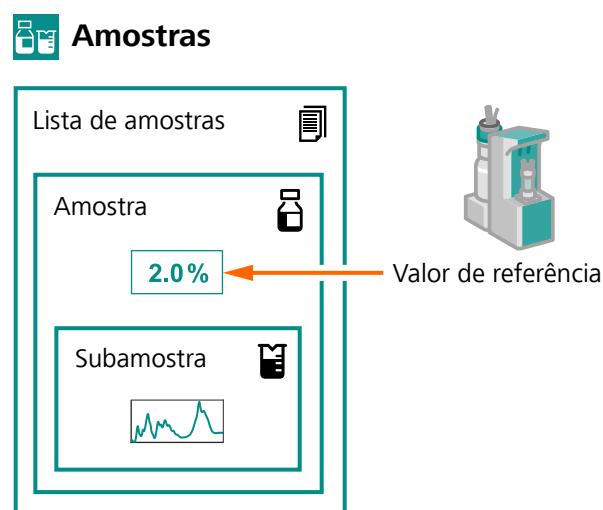


Figura 9 Registrar valor de referência

O parâmetro de interesse é medido com um método de referência, p. ex., titulação. O valor medido serve como valor de referência.

O valor de referência para cada amostra na lista de amostras é inserido no respectivo campo de introdução.

Registrar espectros das amostras de calibração

Para criar um modelo, um espectro deve ser registrado para cada amostra de calibração e cada amostra de validação.

A seguinte *figura 10* mostra uma apresentação esquematizada do registro de um espectro.

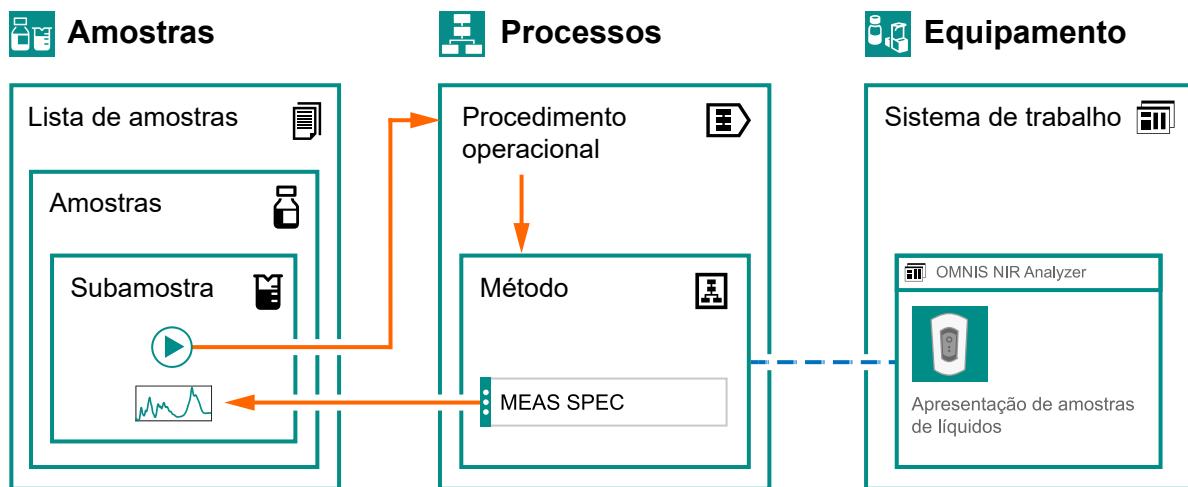


Figura 10 Registrar espectro de uma amostra de calibração



Vinculações no OMNIS Software.



Um sistema de trabalho está atribuído ao método.

A barra de funções **Amostras** contém uma lista de amostras com amostras de calibração. Cada amostra contém uma subamostra. Para cada subamostra, está atribuído um procedimento operacional.

Assim que uma subamostra for iniciada, os seguintes passos serão executados:

1. A subamostra inicia o procedimento operacional atribuído.
 2. O procedimento operacional executa o método contido nele.
- O método executa o comando **MEAS SPEC**. O comando é executado com o sistema de trabalho atribuído ao método.
- O sistema de trabalho contém um dispositivo (por exemplo **Liquid Sample Presentation**). O dispositivo registra um espectro e transmite-o ao OMNIS Software. O OMNIS Software salva o espectro nos dados da subamostra.

Desenvolvimento de um modelo

Quantificação: a partir dos espectros e valores de referência das amostras de calibração, é criado um modelo de quantificação automaticamente com o **OMD** (OMNIS Model Developer) ou manualmente.

Identificação: a partir dos espectros e nomes de produto das amostras de calibração, é criado um modelo de identificação.

Qualificação: um modelo de qualificação é criado a partir dos espectros das amostras de calibração.

Exemplo para quantificação

A seguinte *figura 11* mostra os passos para o desenvolvimento manual de um modelo de quantificação.

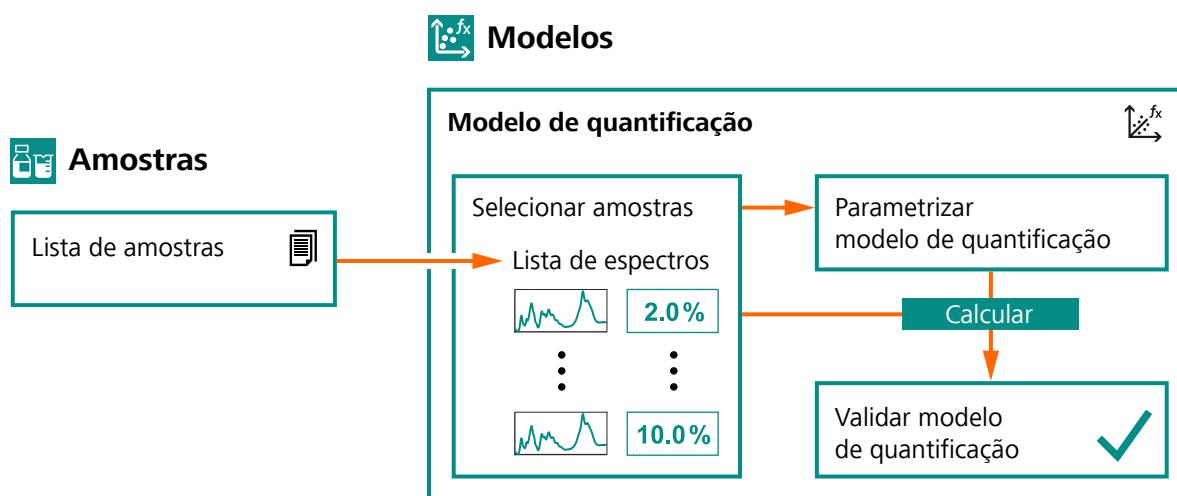


Figura 11 Desenvolver modelo (exemplo para quantificação)

Primeiramente, as amostras e seus valores de referência devem ser transmitidos para uma lista de espectros. Em seguida é efetuado o desenvolvimento do modelo em 3 passos do processo:

1. O passo do processo **Selecionar amostras** possibilita reconhecer outliers, determinar espectros de validação e informar um método de validação cruzada.
2. No passo do processo **Parametrizar modelo de quantificação** é possível aplicar pré-tratamentos de dados nos espectros e definir faixas de comprimento de onda.
3. Após o cálculo de um modelo, o passo do processo **Validar modelo de quantificação** avalia se o modelo corresponde aos requisitos.

Os passos anteriores podem ser adaptados para a otimização do modelo. Se um modelo adequado tiver sido determinado, ele pode ser **publicado**. O modelo publicado poderá ser utilizado para a previsão de amostras desconhecidas.

Previsão

Na previsão, um modelo é aplicado ao espectro de uma amostra desconhecida. Dependendo do modelo, o seguinte pode ser previsto:

- Parâmetros de interesse (quantificação)
- Pertencimento de produto ou resultado de verificação (identificação)
- Resultado de qualificação (qualificação)

Exemplo de quantificação: a seguinte [figura 12](#) esclarece a previsão de um parâmetro de interesse.

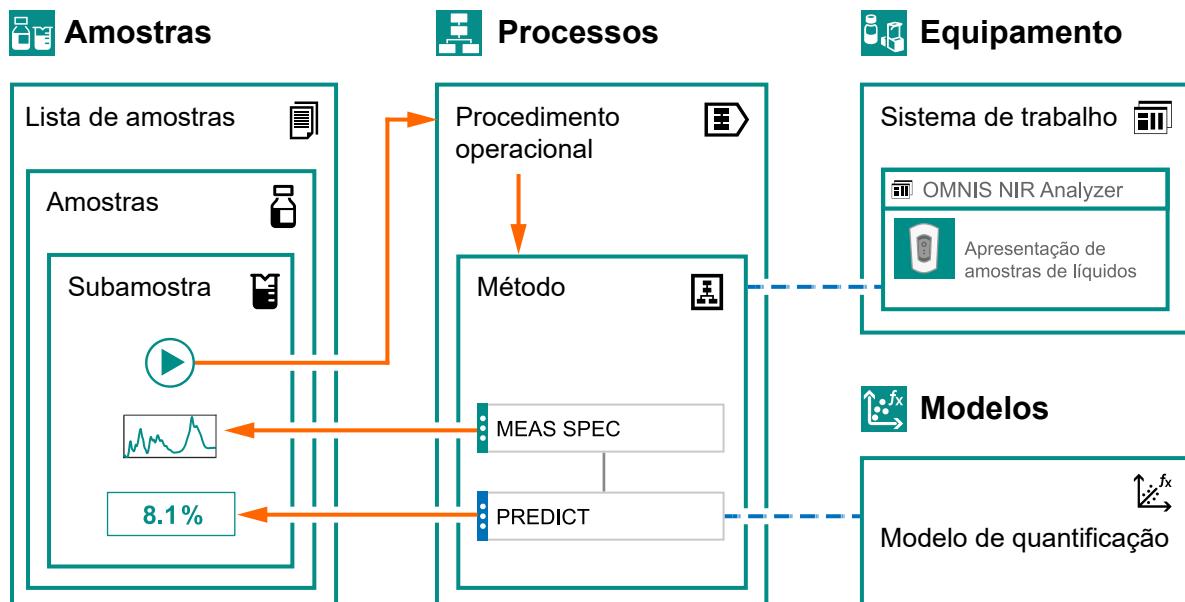


Figura 12 Prever parâmetros de interesse (exemplo para quantificação)



Vinculações no OMNIS Software.



Um sistema de trabalho está atribuído ao método.

O comando **PREDICT** especifica um modelo.

A barra de funções **Amostras** contém uma lista de amostras com amostras preparadas para a análise. Cada amostra contém uma subamostra. Para cada subamostra, está atribuído um procedimento operacional.

Assim que uma subamostra for iniciada, os seguintes passos serão executados:

1. A subamostra inicia o procedimento operacional atribuído.



2. O procedimento operacional executa o método contido nele. O método contém pelo menos 2 comandos:

- a. **Comando de medição**

O comando **MEAS SPEC** registra um espectro da amostra. O comando é executado com o sistema de trabalho atribuído ao método.

O sistema de trabalho contém um dispositivo (por exemplo **Liquid Sample Presentation**). Com ele, o equipamento registra um espectro e o transmite ao OMNIS Software.

- b. **Previsão**

No comando **PREDICT** há um comando de medição e um modelo selecionado. O modelo avalia o espectro que foi registrado com o comando de medição. Isso resulta em uma previsão, p. ex., de um teor de água de 8,1%.