

Técnicas espectroscópicas e fototérmicas para a caracterização de materiais

Spectroscopic and photothermal techniques for the characterization of materials

RESUMO

Pedro João de Oliveira Sawczuk
pedro.sawczuk@outlook.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil

Leandro Herculano da Silva
leandroh@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil

Fotômetros são equipamentos que utilizam a interação de luz com a matéria para determinar a quantidade de luz absorvida. Muito utilizados em laboratórios de biologia, química e física, para determinação de crescimento de micro-organismos e concentração de moléculas e íons. Em geral, essas medidas utilizam a interação entre a luz com a matéria, em comprimento de luz específico, que permite identificar analitos específicos. Assim, o desenvolvimento de um fotômetro de baixo custo, possibilita substituir equipamentos de alto custo sem prejuízo a qualidade dos resultados. Desta forma visou-se desenvolver e confeccionar um fotômetro, na plataforma Arduino e com uso de diodo emissor de luz (LED). Foram realizados testes com um sistema comercial e com o fotômetro (desenvolvido neste projeto), sendo determinada a transmitância e absorbância de soluções aquosas do corante azul de metileno (AM). Obtendo resultados muito próximos dos obtidos com o sistema comercial, também com preço bem abaixo. Dessa forma o fotômetro poderá ser utilizado em escolas para realização de atividades didáticas, com foco no ensino de química, física e biologia.

PALAVRAS-CHAVE: Espectroscopia. Fotômetro. Arduino.

ABSTRACT

Photometers are equipment that use the interaction of light with matter to determine the amount of light absorbed. Widely used in biology, chemistry and physics laboratories to determine the growth of microorganisms and the concentration of molecules and ions. In general, these measures use the interaction between light and matter, in a specific light length, which allows the identification of specific analytes. Thus, the development of a low-cost photometer makes it possible to replace high-cost equipment without prejudice to the quality of the results. In this way, the aim was to develop and manufacture a photometer, on the Arduino platform and using a light emitting diode (LED). Tests were carried out with a commercial system and with the photometer (developed in this project), being determined the transmittance and absorbance of aqueous solutions of the methylene blue dye (MB). Obtaining results very close to those obtained with the commercial system, also with prices well below. Thus, the photometer can be used in schools to carry out didactic activities, with a focus on teaching chemistry, physics and biology.

KEYWORDS: Spectroscopy. Photometer. Arduino.

Recebido: 19 ago. 2020.

Aprovado: 01 out. 2020.

Direito autoral: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.

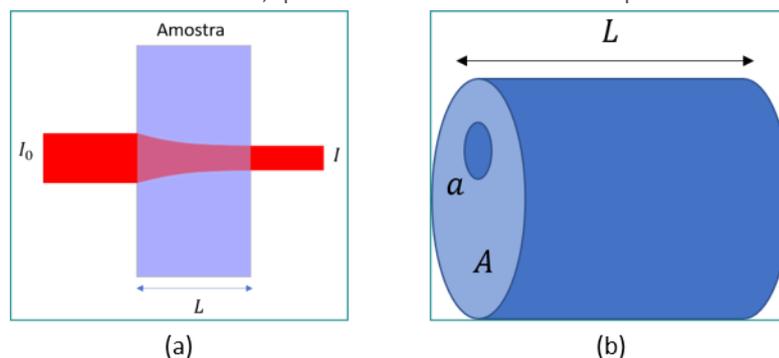


INTRODUÇÃO

Fotômetros são equipamentos que utilizam a interação de luz (fótons) com a matéria para determinar a quantidade de luz absorvida pela matéria (GAIÃO, 2005; ASSIS, 2016; PONTES, 2014). Na maioria dos casos, é composto pelas seguintes partes: (a) fonte de emissão de luz; (b) sistema para separação espectral da luz; (c) suporte para amostra; (d) fotodetector, que converte a intensidade luminosa em um sinal elétrico, (e) microprocessador, que permite realizar a conversão do sinal elétrico na medida da intensidade de luz transmitida ou absorvida pela amostra e comunica o usuário o resultado.

Independentemente das partes que compõe um fotômetro, o mesmo deve ser capaz de relacionar o sinal elétrico medido com a intensidade de luz que incide na amostra I_0 e a intensidade de luz transmitida através da amostra I e que atinge a superfície do fotodetector (BRYCE, 2019). A relação entre a intensidade de luz incidente, a intensidade de luz transmitida e as propriedades das amostras, em estudo, é descrito teoricamente pela lei de Beer-Lambert. Para compreendermos essa relação considere a Figura 1a.

Figura 1 – (a) Representação do feixe de luz incidente I_0 , amostra com espessura L e do feixe de luz transmitida I . (b) Representação das regiões de área de seção reta a e A , nas incidem os fótons, que atravessam a amostra de espessura L .



Fonte: (a) Próprio autor (2020) e (b) Adaptada de (SQUISSATO, 2018).

Para determinar a lei de Beer-Lambert, podemos considerar uma região da amostra, de área de seção reta circular A , na qual incidem os fótons e uma outra região de área a , tal que $a < A$, conforme representado pela Figura 1b.

A probabilidade p de que uma partícula (molécula ou íons que interagem com os fótons) que pode absorver os fótons esteja fora da região delimitada pela área a é dada pela Eq. (1).

$$p = 1 - \frac{a}{A} \quad (1)$$

A probabilidade P de que N partículas estejam fora da região a , pode ser escrita como nas Eq. (2) e Eq. (3).

$$P = p^N \quad (2)$$

$$P = \left(1 - \frac{a}{A}\right)^N \quad (3)$$

Considerando uma amostra homogênea, a relação entre a concentração c de partículas é dada pela razão entre o número de partículas N e volume da região iluminada

$$c = \frac{N}{AL} \quad (4)$$

Dessa forma, o número de partículas é dado por

$$N = AcL \quad (5)$$

Substituindo a Eq. (5) na Eq. (3),

$$P = \left(1 - \frac{acL}{N}\right)^N \quad (6)$$

Para um número de partículas muito grande ($N \Rightarrow \infty$), ou seja

$$P = \left(1 - \frac{acL}{N}\right)^N \quad (7)$$

$$P = e^{-acL} \quad (8)$$

A Eq. (7), descrever a probabilidade de que nenhuma partícula absorvedora esteja presente na região atravessada pelos fótons. Isso equivale a calcular a probabilidade de os fótons atravessarem a região da amostra sem interagirem com a mesma. Logo, quanto maior esta probabilidade maior será a intensidade de luz transmitida, ou seja

$$I = I_0 e^{-acL} \quad (9)$$

De maneira geral, a área de seção transversal a é chamada de seção de choque e L é o caminho óptico. Além disso, podemos definir o coeficiente de absorção β , dado por

$$\beta = ac \quad (10)$$

Substituindo a equação (10) na equação (9), obtemos a chamada lei de Beer-Lambert,

$$I = I_0 e^{-\beta L} \quad (11)$$

A equação (11) é chamada de lei de Beer-Lambert. Ela estabelece a relação entre a intensidade de luz incidente e transmitida, com as propriedades físicas das amostras: coeficiente de absorção óptico (consequentemente seção de choque e concentração) e espessura (ou caminho óptico).

Dada a equação (11), podemos definir a transmitância (T), como sendo a razão entre a intensidade de luz transmitida e incidente,

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (12)$$

$$T = e^{-\beta L} \quad (13)$$

Note que, ao multiplicar a transmitância por 100, obtemos a transmitância percentual,

$$T(\%) = 100 \cdot \frac{I}{I_0} \quad (14)$$

Que denota o percentual de luz transmitida em relação a luz incidente. Uma amostra cuja toda luz a atravessa ($I = I_0$) possui 100% de transmitância. Nesse caso, dizemos que a amostra é transparente para a luz que incide sobre ela.

A capacidade de uma amostra absorver luz é chamada de absorbância (A) e é definida como:

$$A = -\ln(T) \quad (15)$$

Dessa forma, uma amostra que possui uma elevada transmitância possui simultaneamente baixa absorbância. Substituindo a equação (13) na equação (15), temos que:

$$A = -\ln(e^{-\beta L}) \quad (16)$$

$$A = \beta L \quad (17)$$

Da equação (10), temos que $\beta = ac$. Logo, substituindo a equação (10) na equação (17), obtemos:

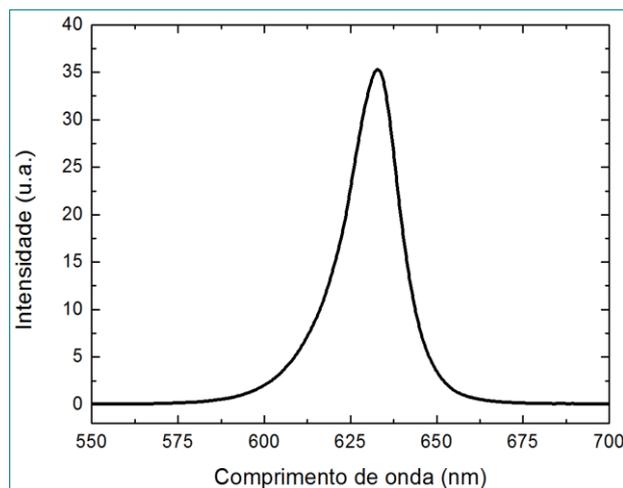
$$A = acL \quad (18)$$

A equação (18) revela uma relação linear entre a absorbância e a concentração das partículas absorvedoras. Trazendo essa definição para uma abordagem mais prática, podemos dizer que a medida da absorbância de uma amostra, pode revelar a concentração dos analitos que são responsáveis por esta absorção. Esta prática é largamente empregada, por exemplo, na determinação de ferro, cloro, alumínio, pontos de viragem em titulação e determinação da concentração de micro-organismo em solução.

DESENVOLVIMENTO DO FOTÔMETRO

Para confecção do fotômetro de baixo curso, utilizamos como fonte e luz um LED vermelho, cujo comprimento de onda, no pico de emissão é de 626 nm , conforme mostrado na Figura 2.

Figura 2 – Espectro de emissão do LED vermelho, com pico de emissão em 626 nm .



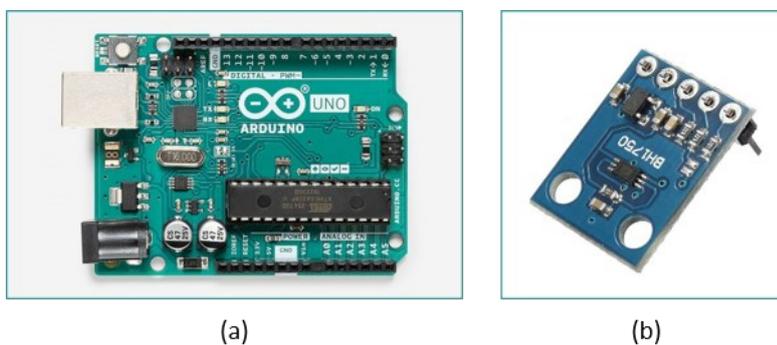
Fonte: Próprio autor (2020).

A vantagem de se utilizar o LED vermelho deve a pequena largura espectral de emissão do LED, tornando quase monocromático quando comparado com uma fonte de luz branca. Com isso, podemos dispensar a utilização de um sistema para

separação espectral da luz. Ou seja, o fotômetro desenvolvido neste trabalho não necessita de grade de difração ou prisma.

Para fazer o controle e aquisição de dados, do fotômetro, optamos pela utilização da plataforma Arduino. Esta plataforma de prototipagem eletrônica, de hardware livre e placa única, possibilita o controle e aquisição de dados, por meio da programação baseada em C++. Além disso, o Arduino é fácil de programar, possui uma grande variedade de módulos e sensores compatíveis e possui custo reduzido (MICHAEL, 2015). A Figura 3a apresenta uma fotografia da placa Arduino, modelo UNO utilizada neste trabalho.

Figura 3 – (a) Placa de prototipagem eletrônica Arduino, modelo UNO e (b) Módulo sensor de intensidade luminosidade GY-30.

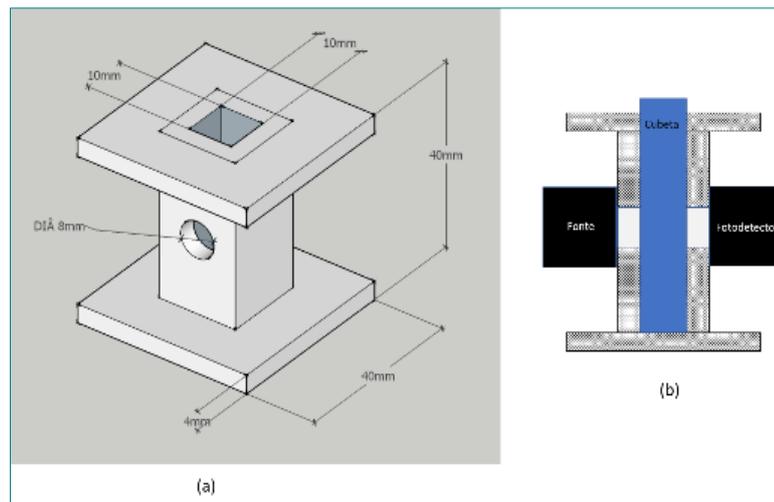


Fonte: (a) Disponível em: <https://store.arduino.cc/usa/arduino-uno-rev3>. Acessado em 09/07/2020 e (b) Disponível em: <https://www.filipeflop.com/produto/sensor-de-luz-bh1750fvi-lux/>. Acessado em: 09/07/2020.

Outra parte importante do fotômetro é o fotodetector, para isso foi utilizado o módulo de luminosidade GY-30. Esse módulo, determina a quantidade e luz (em unidades de Lux) que está incidindo sobre sua superfície, utilizando para isso o sensor de luminosidade BH1750FVI, permitindo realizar medidas de intensidade luminosa de 1 a 65535 Lux. A transferência de dados entre o módulo GY-30 e o Arduino é realizada através do protocolo de comunicação I2C. A Figura 3b apresenta a fotografia do módulo GY-30.

Durante o processo de medidas, as amostras foram colocadas em cubetas de vidro, com caminho óptico $L = 10 \text{ mm}$ e volume de 4 mL . O suporte da cubeta foi confeccionado em acrílico de cor preta. O LED que atuou como fonte e o fotodetector foram fixados em lados opostos do suporte para cubeta, conforme representado na Figura 4.

Figura 4 – (a) Representação em 3D do suporte para cubeta, com as respectivas medidas e (b) Esquema de posicionamento do LED (fonte de luz), da amostra (no interior da cubeta) e do fotodetector

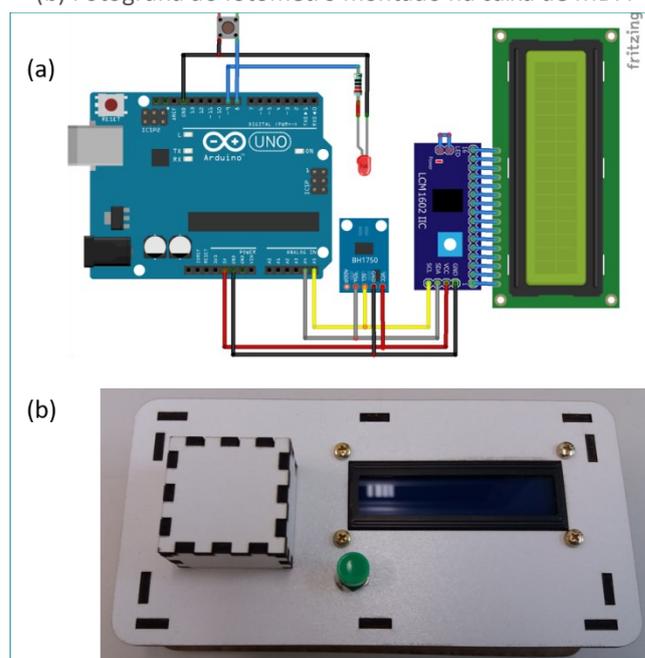


Fonte: Próprio autor (2020).

Os demais componentes do fotômetro incluem, um display LCD 16x2, para apresentar os resultados para o usuário um botão do tipo *push bottom*, um resistor de 220Ω , que foi conectado em série ao LED, fios de $0,75 \text{ mm}$ e uma fonte de alimentação de 9V. Esta fonte pode ser substituída por um cabo de conexão padrão USB, desde que o fotômetro esteja conectado a um computador. Outra possibilidade de alimentação do sistema, é conectar uma bateria de 9V, possibilitando que este equipamento possa ser aplicado em atividades a campo.

Os componentes foram conectados entre si, conforme mostrado na Figura 5a e acondicionado em uma caixa de MDF, com 3 mm espessura, especialmente confeccionada para o fotômetro, por meio de corte a laser deste material. A Figura 5b, apresenta a fotografia do fotômetro.

Figura 5 – (a) Representação esquemática da conexão entre os componentes do sistema.
 (b) Fotografia do fotômetro montado na caixa de MDF.



Fonte: Próprio autor (2020).

O funcionamento do fotômetro se dá de maneira similar aos sistemas comerciais. Primeiro o usuário deve fazer a leitura da amostra de referência, para estabelecer um padrão com 100 % de transmitância. Em geral, se utiliza a cubeta com o solvente no qual a amostra de estudo está diluída. Colocado a amostra referência, o usuário pressiona o botão e o sistema faz a leitura da intensidade luminosa que atravessa a amostra de referência. Esse valor de intensidade será o valor da intensidade I_0 . Após isso, o usuário deve inserir a amostra, a ser determinada a transmitância e absorbância, finalizando o processo pressionando novamente o botão. O sistema fará a medida da intensidade I e, utilizando as equações (14) e (15), calcula e apresenta ao usuário os valores da transmitância e absorbância.

A programação do Arduino, para controle e aquisição de dados, foi feita utilizando a IDE do Arduino, baseada na linguagem de programação C++. A primeira etapa do programa é definir as bibliotecas, que possibilitam realizar a comunicação, por meio do protocolo I2C, entre o Arduino, o display LCD e o sensor GY-30.

O primeiro passo da automação é definir as variáveis e portas que serão utilizadas para acionar o LED e conectar o botão. Nesse caso, foi utilizado os pinos digitais 8 e 9 para conectar o botão e o LED, respectivamente. O programa deve aguardar o usuário pressionar o botão para iniciar a medida da intensidade luminosa. Para isso, foi criado a função que lê o estado do botão e continua a programação caso este estado seja iguala a zero (botão pressionado).

Quando usuário acionar o botão. Assim que está ação é realizada, o programa liga o LED, apresenta ao usuário a mensagem que o sistema está fazendo a leitura da amostra de referência, faz a medida da intensidade luminosa 20 vezes e calcula o valor médio. Após realizada a medida da amostra de referência, o programa aguarda desliga o LED, apresenta uma mensagem que solicita a ação do usuário de inserir a amostra, cuja transmitância e absorbância queira ser determinada, e acionar novamente o botão. Assim que o botão é pressionado o programa aciona o LED, apresenta ao usuário uma mensagem avisando que a medida está sendo realizada, mede 20 vezes a intensidade da luz e calcula o valor médio.

Com os valores medidos da intensidade luminosa, obtida nas medidas da referência e da amostra, e com auxílio das equações (14) e (15), os valores da transmitância e absorbância são calculados e apresentados ao usuário. Caso o usuário acione o botão novamente o sistema retorna para o início da programação.

RESULTADOS

Como teste para o fotômetro, foram determinadas a transmitância e absorbância de soluções aquosas do corante azul de metileno (AM). Este corante foi escolhido pois apresenta um pico de absorção na região do vermelho do espectro de luz visível. Os resultados obtidos foram comparados com um sistema comercial (marca Fento, modelo 700 Plus) A Tabela (1), apresenta a concentração das amostras e os valores de transmitância para as medidas realizadas com o fotômetro comercial (Fotômetro A) e o fotômetro desenvolvido nesse projeto (Fotômetro B).

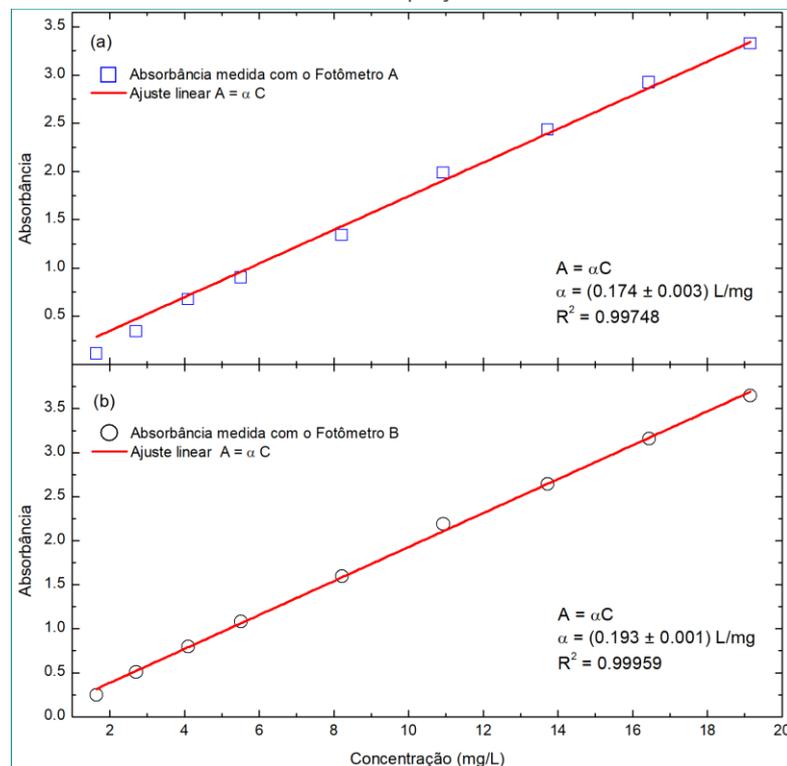
Tabela 1 – Concentração das amostras de AM e medidas de transmitância, realizadas com o fotômetro comercial (Fotômetro A) e realizadas no fotômetro desenvolvido neste trabalho (Fotômetro B).

Concentração (mg/L)	Transmitância (%)		Absorbância	
	Fotômetro A	Fotômetro B	Fotômetro A	Fotômetro B
1,6	89,5	78,0	0,11	0,25
2,7	70,9	60,3	0,34	0,51
4,1	51,1	45,0	0,67	0,80
5,5	40,7	34,0	0,90	1,08
8,2	26,2	20,3	1,34	1,59
10,9	13,7	11,2	1,99	2,19
13,7	8,8	7,1	2,43	2,64
16,4	5,4	4,2	2,92	3,16
19,2	3,6	2,6	3,32	3,65

Fonte: Autoria própria (2020).

Com base nos valores apresentados na Tabela (1), foram confeccionados os gráficos da absorbância em função da concentração. Conforme mostrado na Figura 6.

Figura 6 – Gráficos da absorbância em função da concentração de AM, para os resultados obtidos por meio da medida com o (a) fotômetro comercial e com (b) fotômetro desenvolvido neste trabalho. As linhas contínuas em cor vermelha representam o ajuste linear com a equação $A = \alpha C$.



Fonte: Autoria própria (2020).

Os gráficos mostrados na Figura 6 demonstram que o fotômetro, desenvolvido neste trabalho, possibilitou obter uma relação de linear entre a absorbância e a concentração, similar ao que se pode obter por meio do fotômetro comercial. O coeficiente angular dessa relação apresentou um desvio percentual, em relação do valor determinado pelo fotômetro comercial, de apenas 11 %.

CONCLUSÃO

Por meio deste trabalho foi possível desenvolver e construir um fotômetro, utilizando como fonte de iluminação um LED de cor vermelho (626 nm), com sistema de aquisição e controle de dados baseado na plataforma Arduino. Os componentes do sistema foram acondicionados em uma caixa de MDF, confeccionado por meio de corte laser de chapas de MDF, possibilitando criar um equipamento robusto, portátil e que possa ser utilizado em aplicações em campo. Além disso, o custo estimado do equipamento foi de R\$ 98,00 (maio de 2020), configurando esse sistema como de baixo custo. Assim, este fotômetro poderá ser utilizado não apenas em laboratórios de pesquisa, mas também em escolas para realização de atividades didáticas, voltadas ao ensino de química, física e biologia.

AGRADECIMENTOS

A Universidade Tecnológica Federal do Paraná Câmpus Medianeira e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Tecnológico – CNPq (processo nº 401160/2016-5).

REFERÊNCIAS

ASSIS, R.; MOTTA, M.; MENDONÇA, V. G. B.; FERNANDES, L. J. **Construção de fotômetro didático, de baixo custo, para prática de experimentos de adsorção.** CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, *Anais...* 2016. Disponível em: <https://proceedings.science/cobeq/cobeq2016/papers/construcao-de-fotometro-didatico-de-baixo-custo-para-pratica-deexperimentos-de-adsorcao>. Acesso em: 09 jul. 2020.

BRYCE, D.; KIEMLE, D.; WEBSTER, X. F.; SILVESTEIN, R. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**, 8 ed., GEN-LTC, 2019.

GAIÃO, E. N.; MEDEIROS, E. P.; LYRA, W. S.; MOREIRA, P. N. T.; VASCONCELOS, P. C.; SILVA, C. E.; ARAÚJO, M. C. U. Um fotômetro multi-led microcontrolado, portátil e de baixo custo, *Quím. Nova*, São Paulo, v. 28, n. 6, nov./dec. 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422005000600026>. Acesso em: 09 jul. 2020.

MCRBERTS, M. **Arduino básico**, 2 ed., Novatec, 2015.

PONTES, A. S. **Desenvolvimento de um fotômetro led-vis portátil e microcontrolado por arduino**, 2014. 95 f. Dissertação (Mestrado em Química) -

Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2014. Disponível em:
<https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/7136>. Acesso em: 09 jul. 2020.

SQUISSATTO, A. G. M. **Construção de um fotômetro para o ensino da interação da radiação com a matéria.** Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do. Paraná. Programa de Pós-Graduação em Ensino de Física, Medianeira, 2018. Disponível em:
<https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/3418/1/construcaoaplicacaofotometroensino.pdf>. Acesso em: 09 jul. 2020.