



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102014025002-6 A2

(22) Data do Depósito: 07/10/2014

(43) Data da Publicação: 10/05/2016

(RPI 2366)



(54) Título: EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS

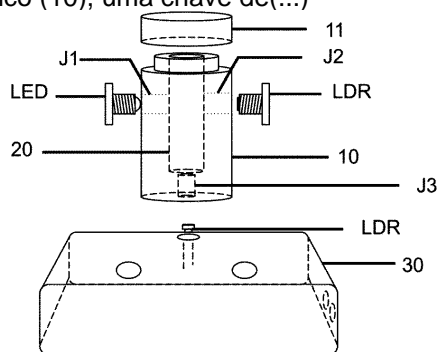
(51) Int. Cl.: G01N 21/17

(73) Titular(es): UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JULIO DE MESQUITA FILHO

(72) Inventor(es): JOSÉ ANCHIETA GOMES NETO, KELBER DOS ANJOS DE MIRANDA, RODRIGO ALEXANDRE REIS

(74) Procurador(es): FABÍOLA DE MORAES SPIANDORELLO

(57) Resumo: RESUMO EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS
descrita a invenção de um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas - determinações fotométricas, turbidimétricas, nefelométricas e fluorimétricas, que compreende um bloco cilíndrico de material polimérico preto (10) com porção extrema superior dotada de uma tampa (11) de acesso a um compartimento interno (20) onde é posicionada a amostra a ser analisada, dito bloco cilíndrico (10) que apresenta na superfície um par de janelas (J1, J2) dispostas diametralmente opostas e uma janela (J3) na base (12) do dito bloco cilíndrico (10) e ortogonal às janelas J1 e J2, ditas janelas (J1, J2, J3) que se estendem ao compartimento interno (20) e nas quais são encaixadas estruturas contendo as fontes de radiação (LEDs) e o fotodetector (LDR); e uma base (30) sobre a qual é fixado o bloco cilíndrico (10), dita base (30) dotada de um circuito eletrônico (30) e uma tampa superior dotada de um encaixe onde é posicionado um fotodetector (LDR) alinhado com a janela J3 do bloco cilíndrico (10), uma chave de(...)



EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS

CAMPO DA INVENÇÃO

[01] A invenção descreve um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas. Mais especificamente compreende um equipamento único para determinações fotométricas, turbidimétricas, nefelométricas e fluorimétricas.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[02] Técnicas espectroanalíticas que envolvem absorção, espalhamento e emissão de radiação eletromagnética são de grande importância no ramo das análises químicas. Exemplos da utilização destas técnicas são a espectrofotometria de absorção molecular UV-Vis e técnicas de espalhamento como a turbidimetria e nefelometria, que são amplamente utilizadas em análises de rotina de insumos agroindustriais [BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução normativa SDA nº 28, de 27 de julho de 2007. Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organo-minerais e corretivos. Brasília, DF, 2007. 141 p. Disponível em: <http://sistemasweb.agricultura.gov.br/arquivosislegis/anexos/tm/INM28_2007_MAPA.pdf>] e a fluorimetria empregada na determinação de compostos orgânicos com atividade biológica em fármacos [SANTOS, D. I. V.; Gil, E. S., Fluorimetry in pharmaceutical analysis: a review. *Revista Eletrônica de Farmácia*, v. 7, n.1, p. 24-38, 2010].

[03] O surgimento dos diodos emissores de luz (LEDs) permitiu a simplificação, miniaturização e a portabilidade de alguns equipamentos baseados em LEDs como fonte de radiação e algum tipo de fotodetector de estado sólido como detector. Por exemplo, LEDs e fotoresistores são empregados na construção de colorímetros ou turbidímetros simples e de baixo custo.

[04] Ainda em 1973, o LED foi utilizado como fonte de radiação em

medidas de absorvância tendo um fototransistor como detector [FLASCHKA, H.; MCKEITHAN, C.; BAMES, R. Light emitting diodes and phototransistors in photometric modules. *Analytical Letters*, v. 6, p. 585-594, 1973].

[05] Em 1976 foi apresentado um titulador fotométrico usando LED como fonte de radiação, com célula de fluxo, utilizando dois fotodiodos e duas lentes para variar o caminho ótico e gerar feixe duplo [ANFALT, T.; GRANALI, A.; STRANDBERG, M. Probe photometer based on optoelectronic components for the determination of total alkalinity in seawater. *Analytical Chemistry*, v. 48, n. 2, p. 357-360, 1976].

[06] Em 1996, foi utilizado um sistema contendo LED como fonte de radiação, um fotodiodo como detector e sistema de injeção de fluxo para determinações fotométricas em aulas práticas de química analítica [HAUSER, P.C.; GATES, N. E. An inexpensive detector for absorbance measurements in flow-injection analysis. *Journal of Chemical Education*, v. 73, p.191-192, 1996]. No mesmo ano, Araújo e colaboradores [ARAÚJO, M. C. U.; SANTOS, S. R. B.; SILVA, E. A.; VÉRAS, G.; LIMA, J. L. F. C.; LAPA, R. A. S. Um fotômetro de fluxo para análises clínicas a base de um diodo emissor de luz bicolor. *Química Nova*, v. 20, n. 2, p. 137-145, 1996] apresentaram o fotômetro de LED e baixo custo para determinações na área de análises clínicas de albumina, ureia, colesterol, hemoglobina, ácido úrico e glicose, obtendo resultados concordantes ao nível de 95% de confiança. Foram observados coeficientes de correlação maiores que 0,99 quando se determinou KMnO_4 (1,0 a 15,0 mM) e CuSO_4 (1,0 a 120 mM). O equipamento apresenta possibilidade de acoplamento de sistema em fluxo, sendo um grande atrativo para atividades de monitoramento.

[07] Em 1998, foi publicado um trabalho sobre o uso da transformada de Fourier na obtenção de sinal em um colorímetro portátil, com fotodiodos como detectores acoplados a um microcomputador para a aquisição de sinais. Foram obtidos dois intervalos lineares distintos obtidos

por métodos diferentes na determinação de ferro (um de 0 a 0,2 mg L⁻¹ Fe e outro de 0 a 4 mg L⁻¹ Fe) com coeficientes de correlação maiores que 0,99. Os resultados obtidos para amostras foram concordantes ao nível de 95% de confiança em comparação com outras duas técnicas (F AAS e ICP AES) [SHIMAZAKI, Y; FUJIOKA, F; IWATSUKI, M. A portable colorimeter using light-emitting diodes and photodiodes with fast-Fourier-transformation signal processing. *Field Analytical Chemistry and Technology*, v. 2, n. 3 p. 173-178, 1998].

[08] Em 1999, Higuchi e colaboradores [HIGUCHI, K.; INOUE, A.; TAMANOUCHI, H.; HATTORI, T.; MOTOMIZU, S. On-site analysis for nitrogen oxides using a newly developed portable flow injection analyzer. *Bunseki Kagaku*, v. 48, n. 5, p. 477-482, 1999] construíram um aparelho portátil para determinações “*in situ*” de nitrogênio, utilizando um sistema de injeção em fluxo. O aparelho possuía LED como fonte de radiação, um filtro de interferência, injetor de amostra, entre outros componentes, acoplados a um microcomputador para aquisição de sinal e controle do sistema de fluxo. Curvas de calibração de 0 a 1,0 mg L⁻¹ NO₃⁻ e 0 a 100 µg L⁻¹ NO₂⁻, com coeficientes de correlação maiores que 0,99 foram obtidos e o equipamento apresentou uma frequência analítica de 40 a 50 amostras por hora. Os resultados obtidos no sistema foram concordantes ao nível de 95% de confiança com os encontrados por sistema em fluxo.

[09] Em 2000, foi proposto um aparelho simples de baixo custo e portátil para determinações colorimétricas quantitativas. O aparelho foi feito de teflon preto, possuía uma lâmpada de 15 W como fonte de radiação, um filtro verde para limitar o comprimento de onda emitido e um LDR como detector, tendo um multímetro como medidor. Curvas de calibração de 10 a 70 µmol L⁻¹ V foram obtidas com coeficientes de correlação linear superiores a 0,99. Resultados obtidos em amostras são concordantes ao nível de 95% de confiança em relação a resultados obtidos por um espectrofotômetro comercial [HE, X.; ROSSI, A. V.; TUBINO, M. The

determination of the stoichiometry of the mixed complex of vanadium with hydrogen peroxide and with 4-(2-pyridilazo) resorcinol. *Química Nova*, v. 23, n. 3, p. 316-319, 2000].

[010] Em 2000, Rocha e colaboradores [ROCHA, F. R. P.; REIS, B. F. A flow system exploiting multicommutation for speciation of inorganic nitrogen in waters. *Analytica Chimica Acta*, v. 409, p. 227-235, 2000] utilizaram um sistema em fluxo explorando a multicomutação para a especiação de nitrogênio em água. A fonte de radiação utilizada foi um LED bicolor (verde e vermelho) e o detector foi um fotodiodo. Curvas de calibração de NO_2^- (0,025 a 1,0 mg L^{-1}), NO_3^- (0,1 a 5,0 mg L^{-1}) e NH_4^+ (0,1 a 2,0 mg L^{-1}) foram obtidas com coeficientes de correlação superiores as 0,99. Os resultados obtidos em amostras foram concordantes ao nível de 95% de confiança em comparação aos obtidos através de análise por injeção em fluxo e cromatografia.

[011] Em 2001, o documento UK31056 descreve um colorímetro portátil que utiliza o LED como fonte de radiação e um fotodiodo como detector para análise de nível de hemoglobina em amostras de sangue.

[012] Em 2002, foi apresentado um método de determinação de arsênio em água potável pelo método do azul de molibdênio em um aparelho simples utilizando LED como fonte de radiação e um injetor de fluxo. A curva de calibração obteve um intervalo linear de 15 a 2400 $\mu\text{g L}^{-1}$. Testes de adição e recuperação mostram recuperações de 92,5% a 108,1% [DASGUPTA, P. K.; HAUNG, H.; ZHANG, G.; COBB, G. P. Photometric measurement of trace As(III) and As(V) in drinking water. *Talanta*, v. 58 n. 1, p. 153-164, 2002].

[013] No mesmo ano, foi apresentado um fotômetro de baixo custo utilizando LED como fonte de radiação, com o objetivo de realizar a determinação simultânea de ortofosfato e amônio utilizando sistema em fluxo e multicomutação, sendo os resultados concordantes ao nível de 95% de confiança quando comparados com cromatografia líquida. Os limites de

detecção foram de $7,0 \mu\text{g L}^{-1}$ para a amônia e $17,0 \mu\text{g L}^{-1}$ para o ortofosfato [FERNANDES, R. N.; REIS, B. F. Flow system exploiting multicommutation to increase ample residence time for improved sensitivity. Simultaneous determination of ammonium and ortho-phosphate in natural water. *Talanta*, v. 58 n. 4, p. 729-737, 2002].

[014] Em 2003, foi desenvolvido um reflectômetro simples, de baixo custo para medidas de colorimetria de reflectância difusa, utilizando um LED verde como fonte de radiação e LDR como detector para análise quantitativa de níquel, precipitado na forma de $\text{Ni}(\text{DMG})_2$. O LED e o LDR estavam posicionados num ângulo de 90° entre si, e 45° com o plano. A curva de calibração teve intervalo linear de $50 \mu\text{mol L}^{-1}$ a $1,25 \text{mmol L}^{-1}$ Ni. Os resultados para as amostras foram concordantes ao nível de 95% de confiança quando comparados com método gravimétrico [MATIAS, F. A. A.; VILA, M. M. D. C.; TUBINO, M. A simple device for quantitative colorimetric diffuse reflectance measurements. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 88, p. 60-66, 2003].

[015] Em 2004, foi desenvolvido um colorímetro portátil utilizando um LED tricolor (azul, verde e vermelho) que foi testado com sucesso na determinação de ferro e nitrito em água de rio. No trabalho, foi utilizado um microcomputador acoplado ao sistema que controlava todo o sistema, incluindo o LED. O limite de detecção para nitrito e ferro foi de $0,7 \mu\text{g L}^{-1}$. Os resultados obtidos foram comparados com os de um espectrofotômetro de duplo feixe e um espectrômetro de absorção atômica de chama, sendo os resultados concordantes entre si ao nível de 95% de confiança [SUZUKI, Y.; ARUGA, T.; KUWAHARA, H.; KITAMURA, M.; KUWABARA, T.; KAWAKUBO, S.; IWATSUKI, M. A simple and portable colorimeter using a red-green-blue light-emitting diode and its application to the on-site determination of nitrite and iron in river-water. *Analytical Sciences*, v. 20, n. 6, p. 975-977, 2004].

[016] Em 2005, foi desenvolvido um fotômetro multiled

microcontrolado portátil e de baixo custo tendo um fototransistor como detector. O equipamento foi utilizado para medir ferro pelo método da 1,10-fenantrolina em fármacos (xaropes). A curva de calibração teve intervalo linear de 2,0 a 10,0 mg L⁻¹ Fe [SILVA, E. C.; GAIÃO, E. N.; MEDEIROS, E. P.; LYRA, W. S.; MOREIRA, P. N. T.; VASCONCELOS, P. C.; ARAÚJO, M. C. U. Um fotômetro multi-ledmicrocontrolado, portátil e de baixo custo. *Química Nova*, v. 28, n. 6, p. 1102-1105, 2005].

[017] Em 2006, Feres Junior [FERES JÚNIOR, M. A. Desenvolvimento de um fotômetro portátil e de procedimentos analíticos automáticos para determinação de ânions e cátions em fontes de captação de águas para uso doméstico e industrial. 2006. 126 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2006] propôs dois fotômetros, um utilizando o fotodiodo e o outro o fototransistor como detector. Ambos eram acoplados em células de fluxo utilizando multicomutação e um computador para controle da célula. A utilização dos equipamentos para determinação de vários ânions e cátions apresentou curvas de calibração com coeficientes superiores a 0,99 e os resultados apresentaram concordância ao nível de 95% de confiança quando comparados com método de referência. No mesmo ano, foi desenvolvido um equipamento para análise de água em combustíveis baseado em LED na região do infravermelho próximo e LDR como fotodetector. A faixa linear de trabalho se deu 2% a 12% de água no álcool combustível e de 20% a 30% de álcool em gasolina. Todos os resultados obtidos pela análise de amostras foram concordantes ao nível de 95% de confiança [CHAGAS, I. P. Desenvolvimento de um fotômetro portátil NIR para determinação do teor de água no álcool combustível e do teor de etanol na gasolina. 2006. 151 f. Tese (Doutorado em Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual Campinas, Campinas. 2006].

[018] Em 2007 foi desenvolvido um sensor de absorvância em célula de fluxo utilizando LED vermelho como fonte de radiação e um

fotodiodo como detector. O sensor foi testado pela determinação colorimétrica de azul de metileno e amônio pela reação de Berthelot, obtendo um limite de detecção de $125,0 \mu\text{g L}^{-1}$ [UGUCIONE, C.; CARDOSO, A. A. Flowcell with inane LED: a proposal for an optical absorption detector. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, v. 389, n. 5, p. 1647-1650, 2007].

[019] Em 2008, foi desenvolvido um equipamento de baixo custo baseado em LED como fonte de radiação e com outro LED como fotodetector e foi explorada a multicomutação em fluxo para utilização de procedimentos automatizados de análise. Curvas de calibração obtiveram intervalos lineares de $0,1$ a $0,8 \text{ mg L}^{-1} \text{ PO}_4^{3-}$ e coeficientes de correlação maiores que $0,99$ [SILVA, M. B. Desenvolvimento de um fotômetro portátil usando LED como fotodetector e de procedimentos analíticos automáticos empregando multicomutação em fluxo. 2008. 101 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos. 2008]. No mesmo ano, foi desenvolvido um fotômetro de baixo custo microcontrolado para determinações em gasolina na região do infravermelho próximo. As curvas de calibração foram feitas em função da porcentagem de adulterante (v/v) sendo que essas compreendiam um intervalo de $2,0\%$ a $7,0\%$ de adulterante, tendo esses coeficientes de correlação superiores a $0,98$. Os resultados para amostras de gasolina eram concordantes com resultados obtidos em espectrômetro de infravermelho próximo ao nível de 95% de confiança [GAIÃO, E. N.; SANTOS, S. R. B.; SANTOS, V. B.; NASCIMENTO, E. C. L.; LIMA, R. S.; ARAÚJO, M. C. U. Na inexpensive, portable and microcontrolled near infrared LED-photometer for screening analysis of gasoline. *Talanta*, v. 75, p. 792-796, 2008].

[020] Em 2009, Sorouraddin e Saadati [SOROURADDIN, M.; SAADATI, M. Simple, cheap, and portable colorimeter for introductory analytical chemistry laboratories. *Chemistry*, v. 18, n. 6, 2009] propuseram

um colorímetro portátil, barato e de simples construção, que possui como detector um LDR. Este mostrava os princípios básicos de colorimetria, relacionando a intensidade da luz diretamente com a resistência medida, obtendo coeficientes de correlação maiores que 0,99 e foi empregado na determinação de permanganato, ferro e eriocromo T. Ainda em 2009, Veras e colaboradores [VERAS, G.; SILVA, E. C.; LYRA, W. S.; SOARES, F. S. C.; GUERREIRO, T. B.; SANTOS, S. R. B. A portable, inexpensive and microcontrolled spectrophotometer based on white LED as light source and CD media as diffraction grid. *Talanta*, v. 77, p. 1155-1159, 2009] propõem um fotômetro utilizando um LED de luz branca, um CD como rede de difração e um fototransistor como detector utilizado na determinação de corantes alimentícios e ferro, obtendo resultados concordantes ao nível de 95% de confiança com resultados obtidos em outros dois espectrofotômetros comerciais. Ainda no mesmo ano, foi desenvolvido um equipamento baseado em LED como fonte de radiação para quantificação de selênio em águas naturais por análise em fluxo. A curva de calibração apresentou intervalo linear de 0,01 a 0,50 mg L⁻¹ Se com coeficiente de correlação 0,99. Com uma frequência analítica de 23 amostras por hora, o novo procedimento empregando o equipamento desenvolvido na determinação desse analito mostrou-se promissor [FERNANDES, E. N.; REIS, B. F.; MORALES-RUBIO, A.; GUARDIA, M. Multi-pumping mechanised determination of selenium in natural Waters by light emitting diode (LED) spectrometry. *Journal of Brazilian Chemical Society*, v. 20, n. 7, p. 1242-1248, 2009].

[021] Em 2010, Rohit *et al.* [ROHIT; KANWAR, L.; RAO, K. K. Development of a low-cost portable colorimeter for the estimation of fluoride in drinking water. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, v. 149, n. 1, p. 245-251, 2010] propuseram um fotômetro para determinação de fluoreto em água potável utilizando um fotodiodo como detector. O trabalho desenvolvido compara a utilização de três tipos de medida: corrente,

voltagem e resistência. Todos os resultados foram comparados entre si e não possuíam diferenças significativas ao nível de 95% de confiança, sendo a opção mais simples a de resistência, que foi preferível para a determinação de fluoreto. No mesmo ano, foram apresentados dois equipamentos simples e de baixo custo baseado em LED como fonte de radiação e LDR como fotodetector para determinação de fósforo em insumos agropecuários, com intervalo linear de 0,2 a 1,6 mg L⁻¹ P e coeficientes de correlação superiores a 0,99 [CARDOSO, F. P. Desenvolvimento de equipamento analítico portátil para determinação de fósforo em insumos agropecuários 2010. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara. 2010].

[022] Em 2011, Vieira e colaboradores [VIEIRA, G. P.; PERDIGÃO, S. R. W.; FIORE, M. F.; REIS, B. F. Development of a high sensitive automatic setup for screening of microcystins in surface waters by employing a LED-based photometric detector. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 161, p. 422-428, 2012] propõem um equipamento para determinações de microcistinas em águas superficiais (lagos, rios, represas etc). O equipamento utiliza LED como fonte de radiação e um fotodetector de estado sólido OPT301 operando em sistema em fluxo, sendo todo o controle do sistema e aquisição de dados feita por microcomputador com intervalo linear de 0,05 a 2,0 µg L⁻¹ e coeficiente de correlação maior que 0,99. No mesmo ano foi apresentado um sistema de determinação de sulfato em águas de chuva baseado em LED, fotodiodo e multicomutação em fluxo acoplados a sistema *in line* de pré-concentração. O intervalo linear do equipamento foi de 0,1 a 2,0 mg L⁻¹ SO₄²⁻, com limite de detecção de 0,03 mg L⁻¹ sendo os resultados para análise de sulfato concordantes com obtidos por ICP OES ao nível de 95% de confiança [ZÁRATE, N.; PÉREZ-OLMOS, R.; REIS, B. F. Turbidimetric determination of sulfate in rainwater employing a led based photometer and multicommutated flow analysis system

within-line preconcentration. *Journal of Brazilian Chemical Society*, v. 22, n. 6, p. 1009-1014, 2011].

[023] Em 2012, é proposto um fotômetro baseado em LED como fonte de radiação e um fotodetector de estado sólido e multicomutação em fluxo para determinação de zinco em fármacos. Os resultados foram comparados com técnica de ICP OES, sendo estes concordantes ao nível de 95% de confiança. O sistema apresentou baixo consumo de amostras e padrões, gerando baixas quantidades de resíduos. O baixo limite de detecção ($9\mu\text{g L}^{-1}$) e a alta frequência analítica (36 amostras por hora) mostraram que o equipamento era promissor [DIAS, T. R.; REIS, B. F. A led based photometer for solid phase photometry: zinc determination in pharmaceutical preparation employing a multicommutated flow analysis approach. *Journal of Brazilian Chemical Society*, v. 23, n. 8, p. 1515-1522, 2012].

[024] Apesar da grande quantidade de trabalhos que propõem a construção de fotômetros portáteis e de baixo custo, os equipamentos descritos são em sua maioria dedicados a uma única técnica e, em alguns casos, a um único tipo de analito. Nenhum dos equipamentos do estado da técnica contempla, em um único equipamento, a possibilidade de realização de mais de duas técnicas espectroanalíticas.

[025] Ainda, deve-se destacar que já são encontrados fotômetros simples e de baixo custo que empregam LED como fonte de radiação, contudo as suas configurações impossibilitam seu transporte. O desenvolvimento de um “kit” para análise rápida não é tarefa fácil: a dificuldade reside na sensibilidade limitada dos métodos envolvidos e/ou dos equipamentos de medida ou mesmo na falta de seletividade de ambos.

[026] Portanto, é objeto da presente invenção um equipamento multifuncional portátil e de baixo custo para a realização de quatro técnicas num único dispositivo: medidas fotométricas, medidas turbidimétricas, medidas nefelométricas e medidas fluorimétricas, baseado em LEDs

monocoloridos como fontes de radiação e LDR como fotodetector.

SUMÁRIO

[027] É característica da invenção um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas que permite a realização de quatro técnicas num único dispositivo: medidas fotométricas, medidas turbidimétricas, medidas nefelométricas e medidas fluorimétricas.

[028] É característica da invenção um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas com potencial uso para o setor industrial e como recurso didático no ensino dos princípios teóricos envolvidos nessas técnicas.

[029] É característica da invenção um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas baseado em LEDs monocoloridos como fontes de radiação e LDR como fotodetector.

[030] É característica da invenção um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas do tipo portátil, permitindo a determinação ou análise química *in situ*, garantindo a mesma precisão e exatidão dos equipamentos de bancada.

[031] É característica da invenção um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas do tipo portátil que permite a realização de análises químicas *in situ* que, em algumas atividades, minimiza a possibilidade de contaminação das amostras e facilita o controle de qualidade.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[032] A figura 1 apresenta o equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas, evidenciando o bloco cilíndrico com janelas para o posicionamento do LED e do LDR e a janela disposta na base do bloco cilíndrico para o posicionamento do LDR.

[033] A figura 2 apresenta a representação gráfica da curva analítica para permanganato empregando LED verde.

[034] A figura 3 apresenta a representação gráfica da curva analítica para cobre empregando LED vermelho.

[035] A figura 4 apresenta a representação gráfica da curva analítica para fosfato empregando LED azul utilizando método fosfovanadomolibdato.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[036] Para os fins da presente invenção, os seguintes termos são conceituados:

[037] LED, do inglês *Light Emitting Diode*, cuja tradução compreende diodo emissor de luz;

[038] LDR, do inglês *Light Dependent Resistor*, cuja tradução compreende resistor dependente de luz.

[039] DDM, do inglês *Digital Multimeter*, cuja tradução compreende multímetro digital.

[040] O equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas, objeto da presente invenção, compreende um bloco cilíndrico de material polimérico preto (10), preferentemente nylon ou teflon, fixado sobre uma base dotada de um circuito eletrônico (30).

[041] O bloco cilíndrico de material polimérico preto (10) apresenta na porção extrema superior uma tampa (11) que provê o acesso a um compartimento interno (20) onde é posicionada a amostra a ser analisada, dito bloco cilíndrico (10) que apresenta na superfície um par de janelas (J1, J2) dispostas diametralmente opostas e uma janela (J3) na base (12) do dito bloco cilíndrico (10) posicionada ortogonal às janelas J1 e J2, ditas janelas (J1, J2, J3) que se estendem ao compartimento interno (20).

[042] Nas janelas (J1, J2, J3) são encaixadas estruturas contendo as fontes de radiação (LEDs) e uma estrutura em forma de "T" contendo o fotodetector (LDR), permitindo análises químicas envolvendo medidas de absorção (espectrofotometria), de espalhamento (turbidimetria e

nefelometria) e de emissão (fluorescência) de radiação eletromagnética.

[043] Quando a fonte de radiação (LED) está disposta frontalmente com o fotodetector (LDR), é possível realizar análises pelas técnicas de fotometria e por turbidimetria.

[044] A técnica de fotometria se baseia na absorção de radiação eletromagnética em um determinado comprimento de onda (λ) por um composto presente na amostra contida no compartimento interno (20) de largura conhecida do bloco cilíndrico (10). A radiação incidente gerada pela fonte de radiação (LED) atravessa a amostra depositada no compartimento interno (20) e é atenuada, resultando em uma radiação transmitida ao detector (LDR).

[045] A técnica de turbidimetria se baseia no espalhamento de luz em um meio causado por partículas (suspensão ou colóides). Quanto maior o número de partículas na amostra, maior será o espalhamento da radiação e, portanto, menor será a quantidade de radiação que chegará ao detector (LDR).

[046] Quando a fonte de radiação (LED) e o fotodetector (LDR) estão dispostos em ângulo de 90 graus, é possível realizar as técnicas de fluorimetria e nefelometria.

[047] A fluorimetria é uma técnica de emissão de radiação causada pela fluorescência química ou gerada por meio de excitação por radiação, fazendo com que o composto com potencial fluorescente emita radiação na região do visível. A incidência de luz UV gerada pela fonte de radiação (LED) excita moléculas com potencial fluorescente. Uma vez excitada, as moléculas tendem a emitir a energia em forma de luz no processo de emissão.

[048] A nefelometria é uma técnica de dispersão da luz em um meio, causada pelo espalhamento da radiação por partículas em suspensão. Quanto mais partículas a amostra tem, maior será a quantidade de radiação dispersada pela fonte de radiação (LED) que chega ao detector

(LDR). Nesta técnica, a fonte de radiação (LED) posicionada em ângulo de 90° em relação ao detector (LDR) permite que somente a radiação refletida nesse ângulo chegue ao detector (LDR).

[049] O circuito eletrônico instalado na base (30) opera o equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas, objeto da presente invenção, dita base (30) com tampa superior dotada de um encaixe onde é posicionado um fotodetector (LDR) alinhado com a janela J3 do bloco cilíndrico (10), uma chave de liga/desliga e uma chave comutadora e um conector para ligação de um dispositivo de leitura, tal como um multímetro digital (DMM).

[050] O equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas é conectado a uma fonte de alimentação elétrica ou bateria.

[051] A amostra a ser analisada é posicionada no compartimento interno (20) do bloco cilíndrico (10), em etapa posterior ao encaixe das fontes de radiação (LED) e fotodetector (LDR) nas janelas (J1, J2 ou J3), conforme a técnica a ser realizada. Em seguida o usuário aciona a chave disposta na base (10), de forma que o circuito eletrônico é acionado, permitindo que as leituras sejam efetuadas.

[052] Testes preliminares do equipamento foram realizados através da construção de curvas de calibração de métodos fotométricos, empregando LEDs das cores vermelha, verde e azul.

[053] A análise dos dados mostrou que os intervalos lineares para cada analito são: 5,0 a 45,0 mg L⁻¹ (permanganato) utilizando LED verde (figura 2), de 1600 a 8000 mg L⁻¹ (cobre) utilizando LED vermelho (figura 3) e 2,0 a 20,0 mg L⁻¹ (complexo fosfovanadomolibdato) utilizando LED azul (figura 4).

[054] As equações das curvas e os respectivos coeficientes de correlação estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: equações de reta e coeficientes de correlação obtidos no equipamento objeto da presente invenção.

Analito	Equação de reta	Coefficiente de correlação linear
Permanganato	$A_{563\text{nm}}=0,01017[\text{MnO}_4]$	0,9996
Cobre	$A_{631\text{nm}}=5,68\text{E-}05[\text{Cu}]$	0,9993
Fósforo	$A_{466\text{nm}}=0,0042[\text{P}]$	0,9976

[055] Foi observado que o detector (LDR) respondia linearmente com aumento da concentração dos analitos selecionados.

[056] Para análise de fertilizantes, foram otimizadas curvas para fosfato e sulfato com soluções seguindo os métodos oficiais de análise fosfovanadomolibdato e turbidimetria, respectivamente, conforme norma brasileira [BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução normativa SDA nº 28, de 27 de julho de 2007. Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organo-minerais e corretivos. Brasília, DF, 2007. 141 p. Disponível em: http://sistemasweb.agricultura.gov.br/arquivosislegis/anexos/tm/INM28_2007_MAPA.pdf].

[057] O complexo fosfovanadomolibdato tem máximo de absorção entre 460 e 480 nm. Três LEDs apresentam máximos de emissão próximos à absorção máxima do complexo: branco e rosa (456 nm) e azul (466 nm).

[058] Foi selecionado o LED azul como fonte de radiação, pois este apresenta máximo de emissão mais próximo ao máximo de absorção do complexo. Para otimização do intervalo de trabalho, foram feitas soluções de 0,07 a 6,52 mg L⁻¹ em fósforo para técnica fotométrica utilizando método do fosfovanadomolibdato. Paralelamente a determinação de fósforo, foi realizado um ensaio de robustez do equipamento que consiste na montagem do equipamento por três pessoas diferentes em cada dia de

análise.

[059] As equações obtidas, os limites de detecção e os limites de quantificação estão apresentados na Tabela 2 e 3, respectivamente.

Tabela 2: Equações de reta e coeficientes de correlação referentes a calibração em três dias diferentes obtidas no equipamento objeto da presente invenção e com o espectrofotômetro Femto 482 para determinação fotométrica.

Dia	Equipamento objeto da presente invenção		Espectrofotômetro Femto 482	
	Equação de reta	Coefficiente de correlação linear	Equação de reta	Coefficiente de correlação linear
1	$A_{466\text{nm}}=0,0280[\text{P}]$	0,9859	$A_{466\text{nm}}=0,0654[\text{P}]$	0,9975
2	$A_{466\text{nm}}=0,0279[\text{P}]$	0,9857	$A_{466\text{nm}}=0,0654[\text{P}]$	0,9970
3	$A_{466\text{nm}}=0,0310[\text{P}]$	0,9944	$A_{466\text{nm}}=0,0671[\text{P}]$	0,9992

Tabela 3: Limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) das curvas de calibração (expressos em mg L^{-1}) para determinação fotométrica.

Dia	Equipamento objeto da presente invenção		Espectrofotômetro Femto 482	
	LOD	LOQ	LOD	LOQ
1	0,06	0,20	0,02	0,09
2	0,06	0,20	0,02	0,09
3	0,05	0,18	0,02	0,09

[060] Os dados da Tabela 2 mostram que o equipamento objeto da presente invenção é capaz de reproduzir resultados em dias diferentes, apresentando boa correlação entre concentração e absorvância como prevê a lei de Beer. A Tabela 3 apresenta os limites de detecção e quantificação para o método, reforçando as observações de

reprodutibilidade vistas na Tabela 2.

Tabela 4: Resultados da determinação de fósforo em %m/m de P_2O_5 (média \pm desvio padrão) obtidos no equipamento construído e no equipamento comercial utilizando método fosfovanadomolibdato em fertilizantes.

Dia da análise	Fotômetro objeto da presente invenção	Espectrofotômetro comercial
1	28,4 \pm 0,9	30,1 \pm 0,3
2	31,1 \pm 0,7	30,4 \pm 1,5
3	29,1 \pm 0,7	29,1 \pm 1,0

[061] O rótulo do produto especifica um teor de fósforo (expresso como P_2O_5) de 28 % m/m. Os resultados foram comparados por meio do teste *t* de Student ao nível de 95% de confiança. Os resultados obtidos no primeiro e no terceiro dia para o equipamento proposto e no segundo e terceiro dia para o equipamento comercial são concordantes com o valor do rótulo do produto, porém os resultados obtidos para o segundo dia no equipamento proposto e no primeiro dia no equipamento comercial não são concordantes com o valor do rótulo do produto, porém seus valores estão próximos do valor informado pelo fabricante. O teste *t* de Student pareado ao nível de 95% de confiança indica concordância entre os resultados obtidos entre os equipamentos nos dias 2 e 3.

[062] Alternativamente, para a avaliação do potencial fotométrico do equipamento desenvolvido, foi determinada a concentração de fósforo na forma de P_2O_5 no material certificado de referência Phosphatic Rock Florida. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5: Resultados da determinação de fósforo em %m/m de P_2O_5 (média \pm desvio padrão) obtidos no equipamento construído e no

equipamento comercial utilizando método fosfovanadomolibdato em material certificado de referência.

Materiais de referência	Valor certificado	Equipamento proposto	Espectrofotômetro Femto 482
Phosphatic Rock Florida (120c)	33,34±0,06	33,3±0,02	33,3±0,01

[063] A análise dos resultados obtidos no equipamento comercial e no equipamento proposto são concordantes entre si e concordantes com o valor certificado do material analisado ao nível de 95% de confiança.

[064] O ensaio de robustez juntamente com todos os dados obtidos durante a determinação de fósforo em fertilizante e em materiais certificados de referência mostram que o equipamento apresenta alta robustez no que se refere à montagem, sendo que, mesmo que diferentes pessoas o montem, os resultados serão concordantes entre si ao nível de 95% de confiança.

REIVINDICAÇÕES

1. EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS caracterizado por compreender:
 - a) um bloco cilíndrico de material polimérico preto (10) com porção extrema superior dotada de uma tampa (11) de acesso a um compartimento interno (20) onde é posicionada a amostra a ser analisada, dito bloco cilíndrico (10) que apresenta na superfície um par de janelas (J1, J2) dispostas diametralmente opostas e uma janela (J3) na base (12) do dito bloco cilíndrico (10) e ortogonal às janelas J1 e J2, ditas janelas (J1, J2, J3) que se estendem ao compartimento interno (20) e nas quais são encaixadas estruturas contendo as fontes de radiação (LEDs) e o fotodetector (LDR);
 - b) uma base (30) sobre a qual é fixado o bloco cilíndrico (10), dita base (30) dotada de um circuito eletrônico (30) e uma tampa superior dotada de um encaixe onde é posicionado um fotodetector (LDR) alinhado com a janela J3 do bloco cilíndrico (10), uma chave de liga/desliga, uma chave comutadora e um conector para ligação de um dispositivo de leitura, tal como um multímetro digital (DMM).
2. EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do bloco cilíndrico (10) ser preferentemente nylon ou teflon.
3. EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de quando a fonte de radiação (LED) está disposta frontalmente com o fotodetector (LDR), é realizada análise pelas técnicas de fotometria e por turbidimetria.
4. EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS, de acordo com a reivindicação

1, **caracterizado pelo** fato de quando a fonte de radiação (LED) e o fotodetector (LDR) estão dispostos em ângulo de 90 graus, é realizada análise pelas técnicas de fluorimetria e nefelometria.

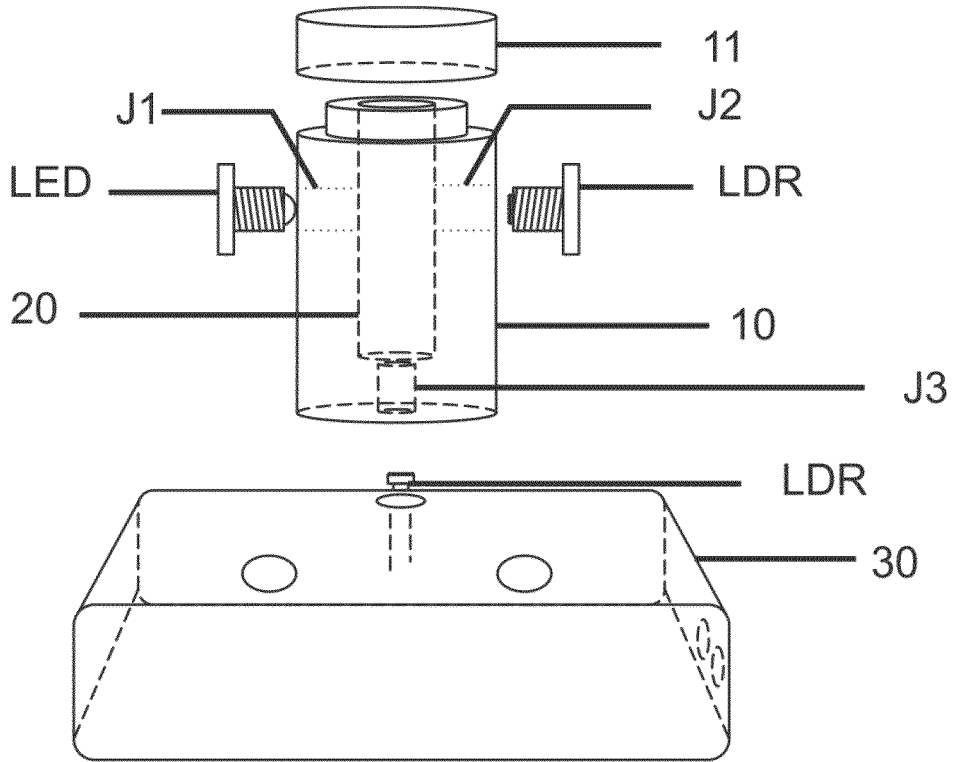


Figura 1

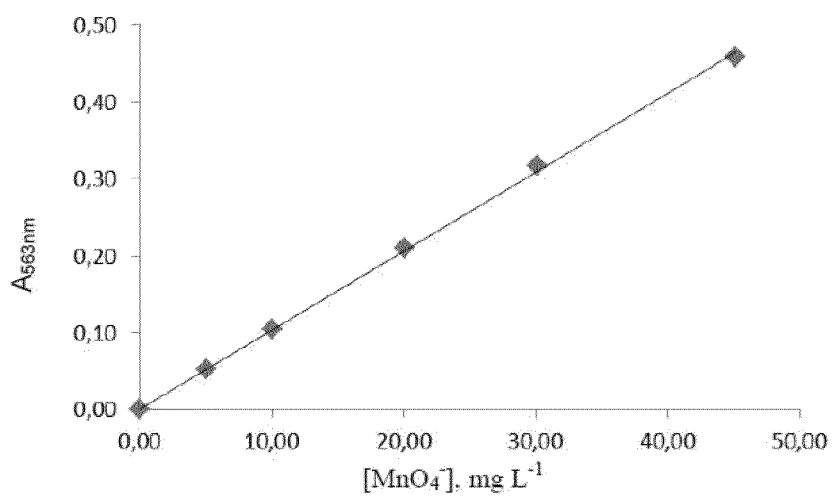


Figura 2

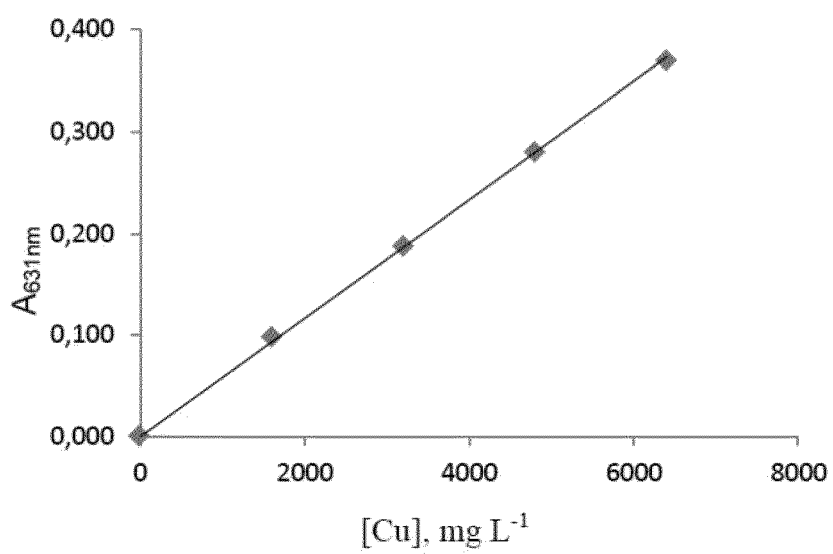
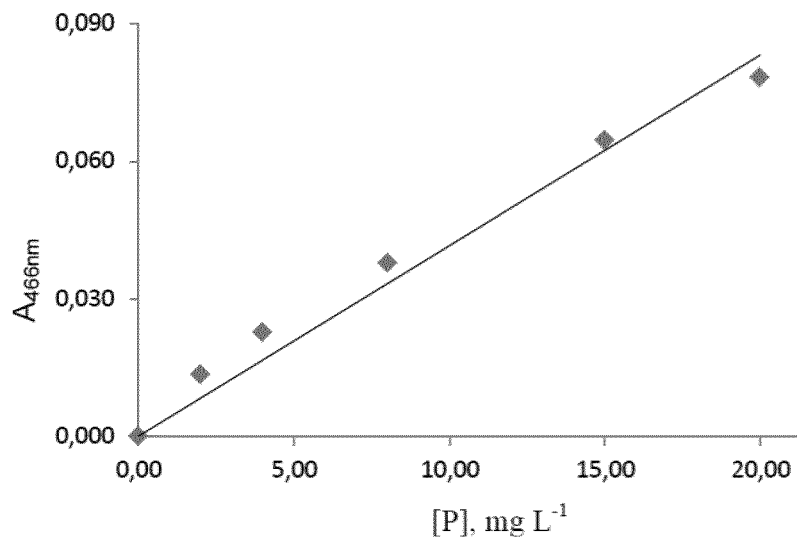


Figura 3

**Figura 4**

RESUMO

EQUIPAMENTO MULTIFUNCIONAL PARA REALIZAÇÃO DE TÉCNICAS ESPECTROANALÍTICAS

É descrita a invenção de um equipamento multifuncional para realização de técnicas espectroanalíticas - determinações fotométricas, turbidimétricas, nefelométricas e fluorimétricas, que compreende um bloco cilíndrico de material polimérico preto (10) com porção extrema superior dotada de uma tampa (11) de acesso a um compartimento interno (20) onde é posicionada a amostra a ser analisada, dito bloco cilíndrico (10) que apresenta na superfície um par de janelas (J1, J2) dispostas diametralmente opostas e uma janela (J3) na base (12) do dito bloco cilíndrico (10) e ortogonal às janelas J1 e J2, ditas janelas (J1, J2, J3) que se estendem ao compartimento interno (20) e nas quais são encaixadas estruturas contendo as fontes de radiação (LEDs) e o fotodetector (LDR); e uma base (30) sobre a qual é fixado o bloco cilíndrico (10), dita base (30) dotada de um circuito eletrônico (30) e uma tampa superior dotada de um encaixe onde é posicionado um fotodetector (LDR) alinhado com a janela J3 do bloco cilíndrico (10), uma chave de liga/desliga, uma chave comutadora e um conector para ligação de um dispositivo de leitura, tal como um multímetro digital (DMM).