

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

VITÓRIA MARIA FREIRE

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE TITULAÇÃO
EM MICROESCALA: ANÁLISE DO TEOR DE ÁCIDO CÍTRICO EM
REFRIGERANTES DE LIMÃO**

PONTA GROSSA

2022

VITÓRIA MARIA FREIRE

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE TITULAÇÃO
EM MICROESCALA: ANÁLISE DO TEOR DE ÁCIDO CÍTRICO EM
REFRIGERANTES DE LIMÃO**

**Development of a microscale titration spectrophotometric method: Analysis of
citric acid content in lime soft drinks**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação
apresentado como requisito para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Química da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).
Orientador(a): Marcos André Bechlin

PONTA GROSSA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

VITÓRIA MARIA FREIRE

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE TITULAÇÃO
EM MICROESCALA: ANÁLISE DO TEOR DE ÁCIDO CÍTRICO EM
REFRIGERANTES DE LIMÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 08/novembro/2022

Marcos André Bechlin
Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Matheus Pereira Postigo
Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Luis Alberto Chavez Ayala
Mestrado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

À minha mãe que acreditou em mim e permanece comigo em cada um dos meus dias. E à minha sobrinha Laura, que chegou há pouco tempo e se tornou tudo na minha vida.

AGRADECIMENTOS

À minha irmã Daniela, que nunca me deixou desistir e à minha irmã Jakline, que sempre deixou claro que eu tinha para onde voltar caso fosse necessário. Por estarem ao meu lado, serem a minha base, o meu amparo e tudo que eu sempre precisei.

À minha mãe e meu pai, que foram provedores e o suporte para que eu chegasse até aqui.

Ao meu amigo Otávio Augusto, que me incentivou a fazer este curso e esteve comigo em todos os momentos.

Aos meus amigos Gabriel Sebastião, Lara Krause, Gustavo Madoglio, Ana Flávia Yamashiro, Gabriela Afonso, Laura Félix e Taynara Valle, que tornaram a jornada mais amena e feliz, e me fizeram sentir amada e em família, mesmo longe de casa.

Ao meu orientador, Professor Dr. Marcos André Bechlin, por acreditar em mim e no meu trabalho mais de uma vez, por todo ensinamento, orientação e ter desempenhado tal função com dedicação e amizade.

À todos os professores que contribuíram para minha formação e me fizeram chegar à entrega deste trabalho, em especial à Camila Diniz e ao Leandro Erico Batista, que me formaram como pessoa e profissional. E ao professor Luis Alberto Ayala, por confiar em mim e sempre ter uma palavra de conforto nos momentos difíceis.

Ao governo Lula, que sancionou o projeto de transformação do CEFET-PR em Universidade Tecnológica Federal do Paraná e implementou o Sistema de Seleção Unificada, que me permitiu, mesmo pobre e da periferia, chegar ao título de Engenheira Química.

E a cada um que passou pela minha vida e me marcou de alguma maneira.

“Começamos a morrer no momento em que nascemos,
e o fim é o desfecho do início.”

(Marcus Manilius)

RESUMO

FREIRE, Vitória M. **Desenvolvimento de método espectrofotométrico de titulação em microescala:** análise de pH de refrigerantes de limão. 2022. 41 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2022.

Refrigerantes são bebidas produzidas a partir de água, açúcar e suco ou extrato vegetal, onde há saturação de dióxido de carbono. Em 2018, foi publicada uma pesquisa, em que o risco de morte prematura e o desenvolvimento de algumas doenças são relacionadas ao consumo de bebidas com adição de açúcar. No mesmo ano, o consumo de refrigerantes aumentou a nível global, sendo a produção brasileira de 12.297.846 mil litros. Há uma grande variedade de sabores no mercado e cada um possui uma determinada especificação. A Anvisa regulamenta o teor de edulcorantes, corantes, conservantes e acidulantes presentes nos refrigerantes. Os acidulantes são substâncias que dão sabor ácido ou aumentam a acidez dos alimentos e possuem diversas funções, entre elas a modificação de viscosidade, conservação no controle microbiológico e ação tamponante por controle de pH. Diversas técnicas podem ser empregadas para quantificação destes compostos, sendo o método oficial a volumetria ácido-base, esta no entanto, é susceptível a erros do analista quanto ao estabelecimento do volume de equivalência. Neste sentido, este trabalho visou desenvolver um método instrumental de titulação em microescala empregando um espectrofotômetro de baixo custo. Para tal uma quantidade de amostra é inserida na cubeta em conjunto com o indicador e, são realizadas adições do titulante até que se observe a mudança de coloração indicada pelo instrumento. Após a fixação dos volumes de amostra (1 mL) e indicador fenolftaleína (10 μ L), realizaram-se a análise de 5 amostras de refrigerante, sendo os resultados comparados com os obtidos pelo método oficial. Os valores foram concordantes estatisticamente, demonstrando a efetividade do método proposto. Desta forma, obteve-se um método de baixo custo, com consumo mínimo de amostra e reagentes que produz resultados equivalentes aos obtidos pela volumetria ácido-base.

Palavras-chave: titulação ácido-base; espectrofotometria, ácido cítrico; refrigerantes de limão.

ABSTRACT

Soft drinks are beverages produced from water, sugar and vegetable juice or extract, where there is saturation of carbon dioxide. In 2018, a research was published, in which the risk of premature death and the development of some diseases are related to the consumption of drinks with added sugar. In the same year, the consumption of soft drinks increased globally, and the Brazilian production was 12,297,846 thousand liters. There is a wide variety of flavors on the market and each one has a certain specification. Anvisa regulates the content of sweeteners, colorants, preservatives and acidulants in soft drinks. Acidulants are substances that give acidic taste or increase the acidity of food and have several functions, among them viscosity modification, conservation in microbiological control and buffering action by pH control. Several techniques can be used to quantify these compounds, the official method being acid-base volumetry, which, however, is susceptible to analyst errors when establishing the equivalence volume. In this sense, this work aimed to develop an instrumental method of titration in micro scale using a low cost spectrophotometer. For this purpose a sample quantity is inserted in the cuvette together with the indicator and titrant is added until the color change indicated by the instrument is observed. After fixing the volumes of sample (1 mL) and phenolphthalein indicator (10 μ L), the analysis of 5 soft drink samples was performed and the results were compared with those obtained by the official method. The values were statistically concordant, demonstrating the effectiveness of the proposed method. Thus, a low cost method was obtained, with minimal consumption of sample and reagents that produces results equivalent to those obtained by acid-base volumetry.

Keywords: acid-base titration; spectrophotometry; citric acid; lime soft drinks.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 OBJETIVOS	12
2.1 OBJETIVO GERAL.....	12
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	12
3 REVISÃO DE LITERATURA	13
3.1 VOLUMETRIA	13
3.2 VOLUMETRIA ÁCIDO-BASE	13
3.3 INDICADORES ÁCIDO-BASE.....	14
3.4 ESPECTROFOTOMETRIA	15
3.5 ESPECTROFOTOMETRIA UV Vis.....	17
3.6 ESPECTROFOTÔMETRO UV Vis	17
3.7 ESPECTROFOTÔMETRO DE BAIXO CUSTO.....	18
3.8 TITULAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA.....	21
4 MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1 AMOSTRAS.....	22
4.2 REAGENTES	22
4.3 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS	23
4.4 PARÂMETROS A SEREM OTIMIZADOS	24
4.4.1 Volume da amostra	24
4.4.2 Volume de indicador	25
4.4.3 Curva de titulação.....	25
4.5 METODOLOGIA	26
4.6 COMPARAÇÃO DE RESULTADOS.....	26
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
5.1 VOLUME DE AMOSTRA.....	28
5.3 CURVA DE TITULAÇÃO	29
5.4 ANÁLISE DAS AMOSTRAS	34
6 CONCLUSÃO	36
REFERÊNCIAS	37
APÊNDICE A	40

1 INTRODUÇÃO

De acordo com o Decreto nº 6871, de 4 de junho de 2009, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), refrigerantes são bebidas produzidas a partir de água, açúcar e suco ou extrato vegetal, onde há saturação de dióxido de carbono. Atualmente, há uma grande variedade de sabores e cada um possui uma determinada especificação, em que são padronizadas propriedades como porcentagem de suco ou extrato e pressão de gaseificação da soda (BRASIL, 2009).

Em 2018, a Escola de Saúde Pública de Harvard publicou uma pesquisa, onde o risco de morte prematura e o desenvolvimento de algumas doenças são relacionadas ao consumo de bebidas com adição de açúcar. Neste mesmo ano, uma pesquisa do Euromonitor International afirmou que o consumo de refrigerantes aumentou a nível global. Comparando os anos de 2013 e 2018, houve um aumento de quase 8 litros no consumo por pessoa (BBC, 2019).

Segundo a ABIR (2020), Associação Brasileira das Indústrias de Refrigerante e de Bebidas não Alcoólicas, em 2018, o volume de refrigerante produzido no mercado brasileiro foi de 12.297.846 mil litros. A ABRAS, Associação Brasileira de Supermercados, informa que, apesar do aumento mundial de consumo de refrigerantes, o Brasil caiu da 3ª para a 10ª posição no ranking de maiores consumidores neste ano. Porém, mesmo com queda de 2,6% comparado a 2017, o país continua sendo grande consumidor per capita, com aproximadamente 14 latas para cada habitante por mês.

Para Alves et al. (2019), ainda que não seja um fator único ou mesmo o principal, o consumo desenfreado de refrigerantes açucarados está associado aos níveis da obesidade no Brasil. Em sua pesquisa, foi possível notar que nos estados onde há maior ocorrência de casos de sobrepeso também há maior concentração de compra de refrigerantes. Chaves et al. (2018) afirma que o consumo de bebidas açucaradas pode estar relacionado com o aumento de peso devido a menor sensação de saciedade dos líquidos se comparados aos sólidos, por conta do rápido esvaziamento gástrico e pelo fato de a mastigação produzir impulsos cerebrais durante a alimentação. Além disso, pode haver ligação entre o consumo destas bebidas e o ganho de peso e gordura, por conta do alto índice glicêmico das mesmas, que se dá pela grande quantidade de açúcar.

A Embrapa, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, diz que a proporção de açúcar na fabricação de refrigerantes pode variar de 8% a 12% de sua composição final. A sacarose, açúcar mais comumente utilizado, pode ser adicionada de maneira granulada ou líquida e, ainda pode ser substituída por edulcorantes, que são insumos com grande poder adoçante e poucas ou nenhuma caloria. Quando há a substituição da sacarose por edulcorantes, os limites permitidos do mesmo são estabelecidos pela Anvisa, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Além do teor de edulcorantes, a Anvisa também regula as quantidades de corantes, conservantes e acidulantes (CELESTINO, 2010).

Acidulantes são substâncias que dão sabor ácido ou aumentam a acidez dos alimentos. Na indústria alimentícia, os principais acidulantes são ácidos orgânicos como ácido cítrico, láctico e tartárico, mas ácidos inorgânicos também são muitos usados, um exemplo é o ácido fosfórico. Estes compostos servem como agentes flavorizantes, agentes de cura para carne, sequestradores de metais, inversores de açúcares, modificadores de viscosidade, conservantes no controle microbiológico e como agentes tamponantes para controle do pH (QUIROGA, 2016).

O pH é caracterizado como uma medida físico-química que aponta a acidez de uma solução sendo baseado na concentração de íons hidrônio (H_3O^+) presentes na amostra. Sua escala vai de 0 a 14, sendo de 0 a 6 para substâncias ácidas, 8 a 14 para substâncias básicas e pH 7 para substâncias consideradas neutras (MAGRI, 2015).

Em análises de rotina, o teor de acidulantes é comumente determinado por meio da volumetria ácido-base empregando indicadores químicos ou por titulação espectrofotométrica (VOGEL; et. al, 2002).

Titulações espectrofotométricas são utilizadas na determinação do ponto de viragem quando há mudança da coloração. Este método consiste em plotar um gráfico da variação da absorbância em função do volume de titulante. Quando se trata de titulações ácido-base, os mesmos devem ser coloridos, ou deve-se usar um indicador que mude sua coloração no ponto final (CORTES; RAMOS; CAVALHEIRO, 2007).

Atualmente, a titulação espectrofotométrica não é amplamente empregada para tal fim devido ao custo e complexidade dos equipamentos convencionais usualmente encontrados nos laboratórios. No entanto, nas últimas décadas o avanço tecnológico possibilitou o desenvolvimento de dispositivos miniaturizados e de baixo custo. Estes são baseados em um sistema LED-LDR, onde o LED atua como fonte de

radiação e o LDR como detector fotossensível. Este sistema é construído e operado por uma plataforma de prototipagem open source do tipo Arduino, tendo um custo relativamente baixo frente a instrumentação convencional. Diante disso, o atual trabalho tem como objetivo avaliar o potencial de aplicação deste tipo de equipamento para a determinação de acidez de refrigerantes de limão.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem por objetivo desenvolver e validar um método espectrofotométrico de titulação em microescala de baixo custo para determinação do teor de acidulantes (ácido cítrico) em refrigerantes de limão.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar revisão da literatura para embasamento teórico e estabelecimento de método oficial de análise;
- Desenvolver método de titulação ácido-base em microescala;
- Estabelecer os parâmetros de execução do método, tais como, volume de amostra, concentração do titulante, entre outros;
- Determinar os parâmetros de desempenho analítico do método desenvolvido;
- Validar a metodologia por comparação com método oficial de análise;
- Realizar análise do teor de ácido cítrico em refrigerantes de limão com a metodologia desenvolvida.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 VOLUMETRIA

Titulação volumétrica ou volumetria, é uma técnica analítica quantitativa baseada no volume gasto de um reagente com concentração conhecida, denominado titulante, utilizada para determinar a concentração de um determinado composto em solução. A concentração da substância é determinada pela adição de pequenas quantidades de titulante, até que as quantidades de matéria do analito e do titulante se equiparem, neste ponto, uma mudança nas características da solução como cor, turbidez ou formação de precipitado é observada. Com base no volume de titulante gasto, é possível determinar a concentração do analito presente na amostra titulada (BARBOSA, 2014).

Neste tipo de análise, o titulante, é colocado em uma vidraria graduada, a bureta, enquanto o titulado ou analito, é adicionado ao erlenmeyer. O titulante é adicionado aos poucos ao titulado sob agitação constante até que a reação se complete, quando isso acontece o ponto de viragem, ou ponto final, é indicado por uma alteração visível na solução. A estequiometria da reação é sabida, a fim de conhecer o ponto de equivalência da reação (volume teórico). Em condições ideais o ponto final (volume prático) da reação e o ponto de equivalência são iguais. Na maioria dos casos, a indicação do ponto final da titulação é apontada pelo uso de um indicador químico. Este é uma substância que apresenta características relacionadas ao tipo de volumetria que se está realizando. Por exemplo, na volumetria ácido-base, o indicador é geralmente um composto orgânico que possui características ácido-base e que ao ser exposto a diferentes condições de acidez muda sua coloração. A escolha do indicador deve ser feita de modo que os dois pontos, de equivalência e final, sejam o mais próximos possível (VOGEL; et. al, 2002).

3.2 VOLUMETRIA ÁCIDO-BASE

A volumetria ácido-base, também conhecida como volumetria de neutralização, acontece pela reação entre os íons H_3O^+ e OH^- , em que o produto é a

água. Esta técnica analítica é dividida em alcalimetria e acidimetria, na primeira o titulante é um ácido e na segunda o titulante é uma base (DIAS; et al., 2016).

O ponto de equivalência define o volume exato em que o titulado, seja ele base ou ácido, é quimicamente equivalente ao titulante. A reação de um ácido com uma base forma um sal correspondente e, se ambos forem eletrólitos fortes, no ponto final da reação o pH será igual a 7. No caso de apenas um reagente ser um eletrólito forte, no ponto de equivalência, a solução formada terá seu pH com características parecidas ao do eletrólito forte. O pH pode ser precisamente apontado com base na constante de ionização do ácido ou base e da concentração da solução (VOGEL; et. al, 2002).

3.3 INDICADORES ÁCIDO-BASE

Um indicador é uma base ou ácido fraco que tem sua coloração alterada de acordo com o pH do ambiente em que se encontra. Deve ser selecionado consoante com o ponto final da reação da titulação. Ou seja, o indicador escolhido deve ter sua mudança de coloração em um pH próximo do ponto de equivalência da titulação (HARRIS, 2017).

Os indicadores de neutralização sofrem alteração na cor conforme a concentração de íons H_3O^+ presentes na solução. Porém, a alteração da coloração do meio ácido para o meio básico acontece de maneira branda, entre o intervalo de, aproximadamente, duas unidades de pH, conhecido como faixa de viragem. Esta faixa se altera em cada indicador (VOGEL; et. al, 2002), como expresso na Tabela 1 a seguir:

Tabela 1 – Indicadores mais comuns, faixa de viragem e mudança de coloração.

Indicador	Faixa de viragem (pH)	Cor em meio ácido	Cor em meio básico
Violeta de metila	0,0 - 1,6	Amarelo	Violeta
Azul de timol	1,2 - 2,8	Vermelho	Amarelo
Eritrosina	2,2 - 3,6	Laranja	Vermelho
Alaranjado de metila	3,1 - 4,4	Vermelho	Amarelo
Azul de bromofenol	3,0 - 4,6	Amarelo	Azul
Verde de bromocresol	3,8 - 5,4	Amarelo	Azul
Vermelho de metila	4,8 - 6,0	Vermelho	Amarelo
Púrpura de bromocresol	5,2 - 6,8	Amarelo	Púrpura
p-Nitrofenol	5,6 - 7,6	Incolor	Amarelo
Tornassol	5,0 - 8,0	Vermelho	Azul
Azul de bromotimol	6,0 - 7,6	Amarelo	Azul
a-Naftolftaleína	7,3 - 8,7	Rosa	Verde
Azul de timol	8,0 - 9,6	Amarelo	Azul
Fenolftaleína	8,0 - 9,6	Incolor	Rosa
Timolftaleína	8,3 - 10,5	Incolor	Azul
Amarelo de alizarina	10,1 - 12,0	Amarelo	Vermelho-alaranjado
Nitramina	10,8 - 13,0	Incolor	Marrom-alaranjado
Tropaeolina 0	11,1 - 12,7	Amarelo	Laranja

Fonte: Adaptado de HARRIS (2017).

3.4 ESPECTROFOTOMETRIA

É considerado espectrofotometria todo método que consiste na utilização de luz para aferir concentrações de substâncias. Neste método, é analisada a quantidade de luz absorvida pela solução relacionando-a com a concentração por meio da lei de Beer (ARAÚJO, 2021; HARRIS, 2017).

Uma solução contendo todos os componentes da amostra, com exceção do analito, é usada para calibrar o equipamento, esta solução é denominada branco de calibração. Quando o feixe atravessa o branco, é medida a potência radiante. Então, quando o mesmo feixe passa pela amostra e certa quantidade é absorvida, a potência

radiante diminui. Essa redução da potência fornece um parâmetro chamado de transmitância e pode ser expresso pela razão entre o valor da potência radiante na leitura do branco e a potência radiante atenuada, conforme Equação 1 (ARAÚJO, 2021).

$$T = \frac{P}{P_0}$$

Onde:

P – potência radiante reduzido;

P₀ – potência radiante.

A absorvância, por sua vez, é uma grandeza adimensional, utilizada para análises quantitativas, pois é proporcional à concentração. Esta apresenta uma relação logarítmica com a absorvância. Esta última, pode ser relacionada com a concentração do analito por meio da Lei de Beer (HARRIS, 2017), expressa na Equação 2 a seguir:

$$A = \log T = \epsilon bc$$

Onde:

A – absorvância;

T – transmitância;

ε – coeficiente de absorvância molar;

b – caminho óptico;

c – concentração.

A Lei de Beer, ou Lei de Lambert-Beer, enuncia que, tanto o coeficiente de absorvância molar, quanto o caminho óptico influenciam na determinação da concentração por espectrofotometria UV-Vis. A intensidade do feixe de luz lançado decresce exponencialmente à medida que ambos os fatores aumentam (VOGEL; et. al, 2002).

3.5 ESPECTROFOTOMETRIA UV Vis

Espectrofotometria nas regiões do visível (Vis) e do ultravioleta (UV) é uma das técnicas óticas mais utilizadas, tendo dados de análises colorimétricas desde o século XIX (ARAÚJO, 2021).

As cores são raios luminosos interpretados pelo cérebro humano, provindos da radiação que é emitida, transmitida ou refletida. Desta forma, a interação com a luz visível faz com que certas cores se alterem. As tonalidades que formam o espectro visível são violeta, azul, ciano, verde, amarelo, laranja e vermelho, com faixas entre 380 e 780 nm (ARAÚJO, 2021).

A região espectral visível das cores das soluções não são as mesmas das regiões de máxima absorção da luz e, a partir disso, é possível aproximar quais os comprimentos de onda das cores do espectro visível e as relacionar com as cores complementares (ARAÚJO, 2021). A Tabela 2 a seguir expressa esta relação.

Tabela 2 – Absorção das cores do espectro visível e presumível cores observadas.

Faixa aproximada de comprimento de onda (nm)	Faixa espectral de cor absorvida	Provável cor observada
380 - 420	Violeta	Verde-oliva
420 - 480	Azul	Amarelo
480 - 490	Ciano	Vermelho
490 - 560	Verde	Magenta
560 - 590	Amarelo	Azul
590 - 620	Laranja	Azul-celeste
620 - 780	Vermelho	Ciano

Fonte: Adaptado de ARAÚJO (2021, p. 115).

3.6 ESPECTROFOTÔMETRO UV Vis

O espectrofotômetro UV-Vis é um equipamento utilizado para medir e comparar os valores de transmitância e absorbância de soluções e, assim, relacionar com a concentração do composto. Tem seu fundamento na Lei de Lambert-Beer.

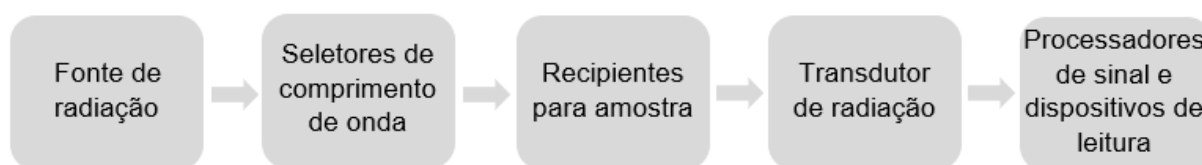
Este equipamento é composto por uma lâmpada de tungstênio (visível) ou deutério (ultravioleta) que emite a radiação que será absorvida pelo analito. A radiação é direcionada para um monocromador onde um comprimento de onda específico é

isolado e direcionado para a cubeta (recipiente que contém a amostra). Ali, ocorre o processo de atenuação do feixe de radiação o qual atinge em seguida o detector, onde o sinal luminoso é convertido em um sinal elétrico que pode ser mensurado (SPODEIT, 2009).

3.7 ESPECTROFOTÔMETRO DE BAIXO CUSTO

De acordo com Leite (2014), um espectrofotômetro é constituído pelos componentes apresentados na Figura 1 a seguir:

Figura 1 – Principais componentes de um espectrofotômetro.



Fonte: Adaptado de LEITE (2014, p. 39).

A fonte de radiação tem como função emitir energia radiante. O feixe de radiação deve ter potência suficiente para que possa ser detectado e deve ser estável durante as medições. Normalmente são utilizadas lâmpadas de filamento de tungstênio para análises na região do espectro visível (LEITE, 2014 apud CROUCH, 2009).

Uma opção de baixo custo para o emprego com fonte de radiação é o LED, este é formado por materiais semicondutores que tem lacunas e elétrons livres. Quando existe a junção desses dois semicondutores, as lacunas e os elétrons livres são compelidos uns aos outros pelo campo elétrico, liberando energia em forma de luz (REIS, 2014 apud BUITRAGO, 2012).

Utilizar este material como fonte de radiação é vantajoso pois o custo é baixo, tem maior eficiência em relação às lâmpadas convencionais, a radiação emitida é monocromática, a vida útil não se altera pelo fato de acender e apagar rapidamente, dentre outros fatores (PONTES, 2014).

Os seletores de comprimento de onda, usualmente empregados, são filtros e monocromadores, por exemplo prismas ou redes de dispersão. Estes apetrechos são capazes de selecionar o comprimento de onda a partir de uma largura de banda estreita, deste modo, aumenta-se a sensibilidade (LEITE, 2014 apud SKOOG, 2006). Nos equipamentos de baixo custo eles não são necessários, pois a radiação emitida pelo LED é monocromática, conferindo simplicidade ao arranjo instrumental.

As amostras são analisadas após inserção em recipientes denominados cubetas. As cubetas são feitas de um material que não absorva radiação na região em que será analisado. No caso da região visível, o material pode ser poliestireno, já para o ultravioleta, pode-se utilizar poli-acrilato de metila ou quartzo. O caminho ótico desses recipientes, geralmente, é de 1 cm (VOGEL; et al, 2002).

O detector, por sua vez, é responsável por converter grandezas físicas e química em sinais elétricos. São capazes de produzir voltagem, carga ou correntes de saída. Fotodetectores, fotodiodos, fotomultiplicadores são exemplos de transdutores de radiação (CROUCH, 2015).

Nos equipamentos de baixo custo o fotodetector empregado é o LDR (Light Dependent Resistor), este é uma resistência elétrica produzido de sulfeto de cádmio ou sulfeto de chumbo, materiais semicondutores. É um aparelho fotossensível e a sua resistência elétrica varia de acordo com intensidade de radiação ao qual é exposto. Quando a luz alcança o material semicondutor, há uma alteração no fluxo de elétrons e, conseqüentemente, na corrente observada (PEIXOTO, 2019).

A radiação oriunda do LED que não é absorvida pela amostra é dispersa, então atravessa o LDR que tem sua resistência aumentada. Ou seja, quando maior a incidência de luz, maior é a corrente (REIS, 2014).

Por fim, tem-se o processador que irá controlar os dispositivos e processar as informações enviadas pelo equipamento.

Processadores de sinal são apetrechos eletrônicos que aumentam o sinal que sai do transdutor, podendo realizar operações matemáticas. São medidores eletrônicos e computadores, controlam parâmetros, processam dados e imprimem resultados (CROUCH, 2015). No espectrofotômetro de baixo custo emprega-se um Processador Arduíno.

Este dispositivo recebe o sinal elétrico e converte o valor em um resultado de medição, de maneira analógica-digital. Através de fácil instalação e programação, o Arduino UNO possibilita leituras pelo sensor LDR e efetua os cálculos de medição. A

placa é formada por uma entrada USB, que permite a comunicação com o computador. pinos digitais, que alimentam os LEDs; pinos de alimentação, que alimentam o sistema externo; e pinos analógicos, que realizam as leituras dos sensores e convertem os sinais analógicos em digitais (PONTES, 2014).

Diversos trabalhos presentes na literatura se concentram na confecção de fotômetros e espectrofotômetros de baixo custo como alternativa aos equipamentos convencionais muito mais caros.

Em 2010, Lüdke confeccionou um espectrofotômetro com aplicações no ensino de absorção molecular e emissão de fluorescência, utilizando LED's como emissores e transmissores. Se comparado com fotômetros comerciais, o equipamento possui vantagens, pois é possível comprovar quantitativamente a Lei de Beer. Os testes foram realizados em aula de biofísica, na determinação de coeficiente de extinção molar para absorção molecular em corantes orgânicos, obtendo resultados muito positivos.

Em 2012, Mota e Santana desenvolveram sistemas fotométricos *home-made* utilizando sistema LED-LDR, onde o LED atua como fonte de radiação e o LDR como fotodetector. O equipamento tem várias finalidades, como utilização analítica e didática, tendo fácil transporte, manuseio e manutenção. As considerações finais dos autores indicam resultados satisfatórios, pois a fonte de radiação é estável e o equipamento serve para uma gama de aplicações.

Em 2018, dos Anjos e Neto construíram um espectrofotômetro de baixo custo com o objetivo de facilitar o ensino de ciências, baseando-se na concepção BYOD/BYOT (*Bring Your Own Device / Bring Your Own Technology*). Foram utilizados dispositivos LED de diversas colorações como fonte de radiação e foram analisados corantes de cozinha. Os resultados obtidos mostram um equipamento funcional, prático, com excelente custo benefício, além de introduzir novas tecnologias para estudantes.

3.8 TITULAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA

Titulação espectrofotométrica é utilizada quando o ponto viragem de uma titulação é avaliado com base em valores de absorvância de uma solução. Para isso, é necessário que os reagentes possuam coloração e absorvam a radiação em forma de luz, caso contrário, é preciso acrescentar à solução um indicador que absorva a radiação (CROUCH, 2015; VOGEL; et. al, 2002).

Graficamente, é uma curva da absorvância pelo volume do titulante, onde uma reta ocorre antes do ponto final da reação e a outra após o ponto final. Deste modo, a curva é dada pela união das duas retas em suas extremidades. A forma da curva de titulação espectrofotométrica depende das propriedades ópticas do reagente, titulante e produto de reação no comprimento de onda usado (CROUCH, 2015; VOGEL; et. al, 2002).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de atingir os objetivos propostos, foram realizados estudos laboratoriais em duas etapas. Primeiramente desenvolveu-se uma metodologia de titulação espectrofotométrica em microescala, empregando espectrofotômetro portátil de baixo custo e micropipetas. A segunda parte consistiu na aplicação desta metodologia para quantificação do teor de ácido cítrico em amostras de refrigerante.

4.1 AMOSTRAS

Ao todo foram analisadas 5 amostras de refrigerantes sabor limão, de diferentes marcas, adquiridas no mercado da cidade de Ponta Grossa – PR. As amostras foram deixadas com a tampa entre aberta por 24 horas para eliminação do gás carbônico, sendo ainda, antes da coleta das alíquotas agitadas vigorosamente para remoção de qualquer resquício de gás, uma vez que as bolhas causam espalhamento de radiação, interferindo no resultado das análises.

Em seguida, tomaram-se alíquotas de 1,0 mL de amostra e a esta foram adicionados 10 μ L de indicador fenolftaleína 2%, sendo então realizada a titulação seguindo a metodologia previamente otimizada. Contudo, devido ao menor teor de ácido esperado para estas amostras em relação a solução empregada para otimização a primeira adição de 400 μ L não foi empregada, sendo a titulação iniciada pelas alíquotas de 100 μ L. Todos os procedimentos foram realizados em triplicata.

4.2. REAGENTES

Empregou-se como titulante para realização das análises NaOH (Marca Neon), este foi preparado pela dissolução de 4,0137 gramas de NaOH em balão volumétrico de 1 L com água destilada. A solução resultante foi padronizada empregando biftalato de potássio, sendo o procedimento realizado em triplicata. Após a padronização, determinou-se que a concentração do NaOH era de 0,108 mol L⁻¹.

Como indicador ácido-base empregou-se a fenolftaleína (Marca Synth). A mesma foi preparada na concentração de 2% (m/v), para tal, pesou-se 2,008 gramas do sólido e dissolveu-se em 100 mL de etanol 70% em balão volumétrico.

Para desenvolvimento da metodologia, otimização das condições de realização, empregou-se uma solução de HCl 0,1229 mol L⁻¹. Esta foi preparada pela diluição de 5 mL de HCl concentrado (Marca Synth) em balão volumétrico de 500 mL, o qual foi avolumado com água destilada. Após preparada, a solução foi padronizada utilizando o NaOH descrito acima. A fenolftaleína será preparada pela dissolução de 1 grama do sólido em 60 mL de álcool etílico e diluição para o volume final de 100 mL com água destilada.

4.3 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Para a pesagem dos reagentes sólidos empregou-se balança analítica com precisão de $\pm 0,0001$ gramas. Os volumes de solução utilizados no procedimento de titulação espectrofotométrica foram tomados utilizando micropipetas com intervalos de volume entre 10 – 100 μ L; 100 – 1000 μ L e 1000 – 5000 μ L.

O equipamento utilizado na realização das análises foi um espectrofotômetro portátil e de baixo custo confeccionado na própria instituição em parceria com o Prof. Matheus Postigo. O mesmo consiste em um sistema LED (fonte de radiação) – LDR (detector fotossensível), operado por uma placa Arduino One. O circuito, a placa de controle e a tela em que as leituras são apresentadas estão acondicionadas em uma caixa de PET-G fosco, confeccionada em impressora 3D.

O método proposto será desenvolvido utilizando um espectrofotômetro de baixo custo produzido na UTFPR, Campus Ponta Grossa. Este é composto por um sistema LED (fonte de radiação) – LDR (detector fotossensível) operado por uma placa Arduino One. O circuito e a placa de controle, juntamente com uma tela que fornece as leituras estão acondicionados em uma caixa de MDF recoberta com tinta preta fosca. O sistema LED-LDR está alocado dentro de um T feito de PVC, ficando um de frente para o outro. Um tubo de ensaio é empregado como porta amostra, para realização das análises este é inserido pela parte superior do T e as leituras de resistência são informadas pela tela de LCD controlada pelo Arduino.

O sistema LED-LDR está alocado na parte superior da caixa dentro de um compartimento confeccionado com o mesmo material, porém com a cor preta para reduzir efeitos de reflexo da luz. Neste, o LED é posicionado de frente para o LDR e, entre eles há uma distância de 10 mm para introdução da cubeta contendo a amostra, uma tampa é inserida sobre a cubeta para evitar a entrada de luz externa no compartimento. Ainda, emprega-se uma tela de LCD que informa as leituras realizadas pelo LDR, permitindo ao analista o registro dos valores mensurados para cada solução. O equipamento é apresentado na figura 1.

Figura 1. Espectrofotômetro portátil.



Fonte: autoria própria.

Devido as características das amostras e ao comprimento de onda empregado nas medidas, foram empregadas como porta amostra cubetas de poliestireno com caminho óptico de 1 cm (10 mm) e volume total de 4 mL.

4.4 PARÂMETROS A SEREM OTIMIZADOS

4.4.1 Volume da amostra

As titulações foram realizadas em microescala, ou seja, dentro das próprias cubetas. Desta forma, o primeiro parâmetro a ser otimizado foi o volume de amostra. Isso se fez necessário para garantir que o feixe de radiação emitido pelo LED passasse completamente através da solução. Para tanto, volumes crescentes da solução de HCl foram inseridos na cubeta, sendo as adições de 0,25 em 0,25 mL. Apesar de não apresentar cor, a passagem do feixe de radiação pela solução gera uma pequena mudança nas leituras obtidas, desta forma, o volume de solução acondicionado foi sendo aumentado até que se obtive-se uma leitura constante no equipamento.

4.4.2 Volume de indicador

O volume do indicador foi otimizado para atender a dois fatores, a solubilidade limitada da fenolftaleína em meio aquoso e a necessidade de se observar um aumento na intensidade da coloração do indicador após o volume de equivalência. Para tal, colocou-se 1 mL da solução de HCl $0,12 \text{ mol L}^{-1}$ na cubeta e realizaram-se adições de diferentes volumes de indicador: 10, 20, 25 e 50 μL .

4.4.3 Curva de titulação

O objetivo do trabalho é realizar uma titulação ácido-base em microescala por meio da espectrofotometria. As titulações empregando esta técnica instrumental são realizadas por adições crescentes do titulante sobre o titulado, enquanto se monitora a absorvância em um determinado comprimento de onda. No momento em que se atinge o ponto de viragem há uma mudança na solução, geralmente em sua coloração, esta é apontada por uma variação significativa no sinal mensurado.

Desta forma, para determinar o volume de equivalência constrói-se um gráfico do volume de titulante adicionado (eixo x) versus o sinal mensurado (eixo y). Observam-se neste, duas linhas de tendências distintas, a primeira representando a variação no sinal que precede o ponto de viragem e a segunda pós-viragem. Assim, podemos obter duas equações da reta, considerando que o volume de viragem é representado por um ponto onde as leituras de absorvância (valor de y) das duas retas

são as mesmas podemos igualar as duas equações, resolvendo em termos de x , encontramos o volume que nos permite quantificar o analito.

Neste sentido, otimizou-se os volumes de titulante adicionado de modo a obter uma região com mais pontos próximo ao volume de equivalência. Como a concentração de NaOH e de HCl empregado para otimização eram próximos e, tendo o volume de titulado inserido na cubeta de 1 mL, estima-se que, aproximadamente, o mesmo volume de titulante será requerido. Deste modo, realizou-se uma primeira adição de um volume de 400 μL , seguido por 4 adições de 100 μL e, realizaram-se procedimentos distintos com adições de volumes de 25 e/ou 10 μL até a observação do ponto de viragem de modo a determinar a melhor condição de análise.

4.5 METODOLOGIA

Adicionou-se 1,0 mL de solução de HCl 0,12 mol L^{-1} na cubeta do espectrofotômetro de baixo custo e, acrescentaram-se 10 μL de solução de fenolftaleína 2% como indicador ácido-base e efetuou-se a leitura do equipamento. Com o auxílio de micropipetas, adicionou-se uma alíquota de 400 μL de solução de NaOH 0,108 mol L^{-1} , em seguida, foram dispensadas 4 alíquotas de 100 μL , 8 alíquotas de 25 μL e, por fim adições de 10 em 10 μL , até que o ponto de equivalência fosse atingido e a fenolftaleína passasse de incolor para rosa. Após este ponto, realizaram-se mais 5 adições para obtenção da segunda linha de tendência da curva de titulação. A cada adição, foi realizada uma leitura no equipamento.

A partir dos valores coletados nas leituras do espectrofotômetro, foram construídos gráficos do titulante versus sinal mensurado, onde o ponto de inflexão da curva foi utilizado para indicar o volume de equivalência da reação e, conseqüentemente, determinar a concentração de ácido na amostra.

4.6 COMPARAÇÃO DE RESULTADOS

Para validar os resultados obtidos por meio da metodologia proposta foram realizadas as análises das amostras pelo método oficial, que consiste na volumetria ácido-base. Para tal, foram adicionados 25 mL de amostra a um erlenmeyer de 250 mL, a estes foram adicionados 25 mL de água destilada e 3-5 gotas de indicador

fenolftaleína 1% (m/v). O titulante (NaOH 0,108 mol L⁻¹) foi utilizado para acondicionar e, posteriormente, preencher uma bureta de 25 mL.

A titulação foi então realizada até a obtenção de um tom rosado na solução persistente por mais de 30 segundos. O volume de titulante consumido foi anotado e empregado para os cálculos posteriores.

Por fim, compararam-se os resultados obtidos por ambas as análises empregando o teste *t*-Student pareado.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 VOLUME DE AMOSTRA

O primeiro passo foi aferir o volume real da cubeta. Deste modo, a mesma foi colocada na balança e o peso foi tarado. Após isso, adicionou-se água até o limite da cubeta e pesou-se novamente. A temperatura do laboratório foi monitorada neste momento para que se obtivesse a densidade apropriada da água. A partir dos resultados obtidos, foram realizados cálculos de conversão, aferindo um volume de 4 mililitros para a cubeta.

Considerando a capacidade da cubeta, visou-se determinar o volume de amostra a ser empregado para realização das análises. Considerando que as amostras possuem concentrações de espécies ácidas variáveis, optou-se por utilizar o menor volume possível de titulado, de modo a possibilitar a adição de maiores volumes de titulante, caso necessário.

No entanto, há um volume mínimo de amostra necessário para que o feixe de radiação passe através da solução por completo. Quando esta situação é obtida há uma estabilização no sinal monitorado, uma vez que a radiação pode ser espalhada ou refletida em volumes menores de amostra.

Iniciou-se os testes com o volume de 0,25 mL e adições de igual valor foram realizadas posteriormente. Observou-se uma estabilização no valor mensurado a partir de 1,0 mL, sendo este o volume de amostra fixado para as etapas posteriores.

5.2 VOLUME DE INDICADOR

Após determinar o volume de amostra a ser empregado, passou-se a determinação do volume de indicador. A fenolftaleína possui uma solubilidade limitada em meio aquoso, apenas 3,36 mg L⁻¹, sendo esta preparada em meio alcóolico. Contudo, devido a suas características, a titulação espectrofotométrica requer a obtenção de pontos de leitura após o ponto de viragem, ou seja, é necessário que se tenha uma quantidade significativa de indicador, para que ele não seja completamente consumido após o volume de equivalência.

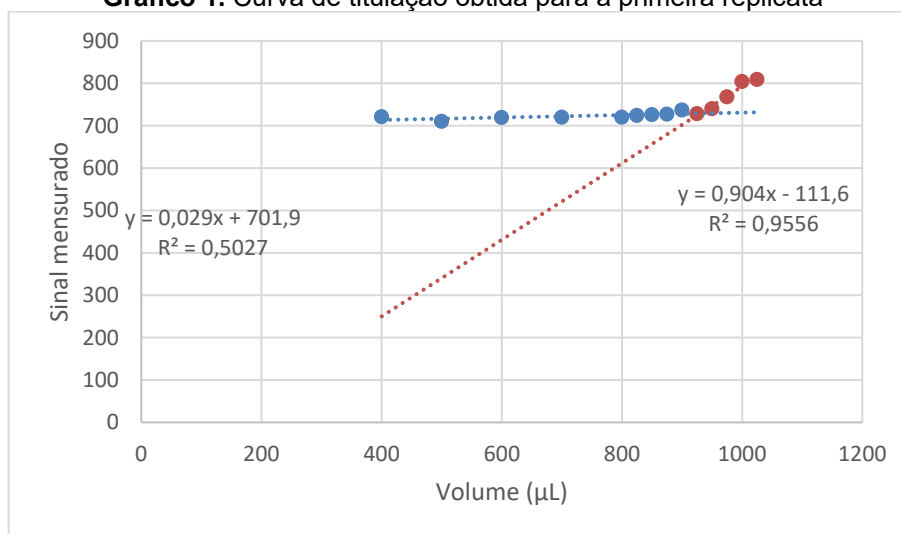
Desta forma, preparou-se uma solução de indicador 2% (m/v), o dobro da concentração comumente utilizada em volumetria clássica. A fim de realizar as análises, adicionou-se 1,0 mL de HCl 0,12 mol L⁻¹ em uma cubeta e acrescentou-se 1 gota de fenolftaleína. Após a adição do indicador, notou-se que a solução turvou, impossibilitando a realização das análises.

Deste modo, optou-se por realizar a adição do indicador empregando uma micropipeta de modo a controlar a quantidade adicionada. Para tal, colocou-se 1,0 mL da solução de HCl 0,12 mol L⁻¹ na cubeta e realizaram-se adições de diferentes volumes de indicador: 10, 20, 25 e 50 µL. Observou-se que para volumes superiores a 10 µL a amostra já apresentava uma coloração branca devido a não solubilização do indicador. Assim, fixou-se o volume de 10 µL como a quantidade de fenolftaleína a ser adicionada nos testes posteriores.

5.3 CURVA DE TITULAÇÃO

Com os volumes de amostra e indicador otimizados, passou a etapa de avaliação da eficiência do método. A partir da estequiometria da reação foi possível determinar o volume aproximado em que ocorreria a mudança de coloração da solução. Por se tratar de análises em microescala, um volume muito baixo acarretaria em muitos pontos para plotar a curva e demandaria muito tempo de análise até que o ponto de equivalência efetivamente fosse atingido; já um volume muito alto, faria com que esse ponto fosse ultrapassado sem que se determinasse o volume de viragem.

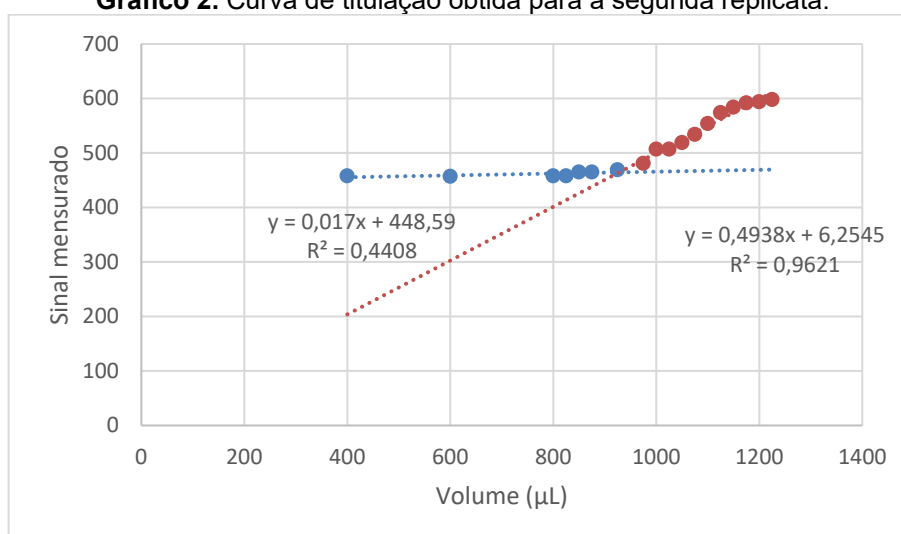
Para o primeiro experimento, as soluções de HCl e NaOH com concentrações de 0,122 mol L⁻¹ e 0,108 mol L⁻¹, respectivamente, foram empregadas. Foi adicionado 1,0 mL da solução de HCl à cubeta, 10 µL de fenolftaleína e anotada a medição do equipamento. Inicialmente adicionou-se 400 µL de titulante, em seguida foram adicionadas quatro alíquotas de 100 µL, com aferição de leitura do equipamento entre cada uma, e então de 25 µL em 25 µL até o ponto de equivalência. O gráfico 1 abaixo expressa a curva de leitura do equipamento versus volume gasto de NaOH.

Gráfico 1. Curva de titulação obtida para a primeira replicata

Fonte: autoria própria.

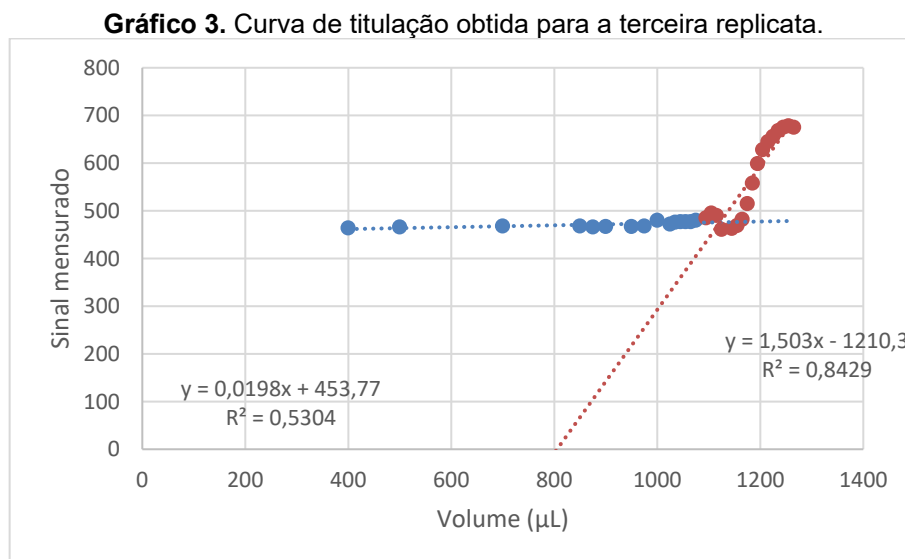
A curva em azul representa os volumes gastos antes do ponto de equivalência e a curva em laranja os volumes gastos após este ponto. Igualando as equações da reta, tem-se que o ponto de viragem ocorreu em 929,7 µL. Este volume reflete uma concentração de HCl de 0,100 mol L⁻¹. Apesar, da pequena diferença com o valor real, tem-se um erro inferior a 10%.

A segunda e a terceira replicata foram realizadas seguindo o mesmo procedimento descrito acima, e os resultados obtidos estão apresentados nos Gráficos 2 e 3.

Gráfico 2. Curva de titulação obtida para a segunda replicata.

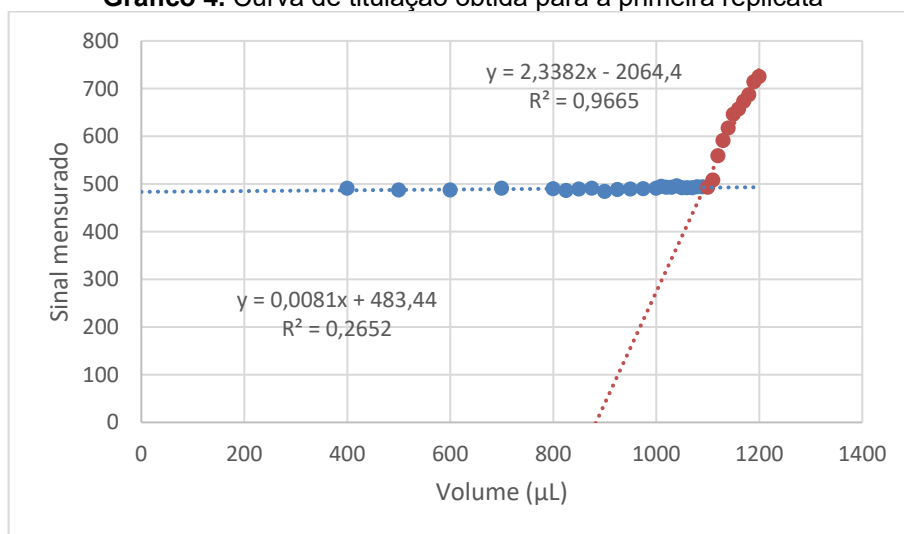
Fonte: autoria própria.

Analisando o Gráfico 2 por meio das equações da reta, tem-se que o volume exato onde ocorreu o ponto de viragem foi em 927,7 μL , gerando novamente uma concentração de HCL de 0,100 mol L⁻¹.

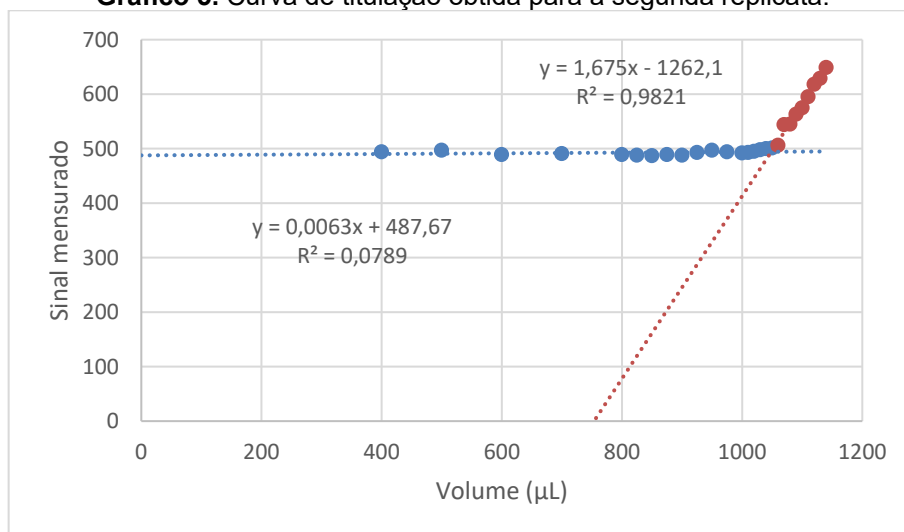


De forma análoga aos experimentos anteriores, o ponto de equivalência foi dado pelo ponto de intersecção das retas expressas no Gráfico 3. Deste modo, o volume em que isso aconteceu foi 1121,9 μL . Este volume, gera uma resposta, considerando a concentração do titulante, de 0,121 mol L⁻¹ para o teor de HCl, sendo este valor muito próximo ao valor verdadeiro. Como resultado para as três titulações temos que $[\text{HCl}] = 0,108 \pm 0,010 \text{ mol L}^{-1}$, um erro de 9%.

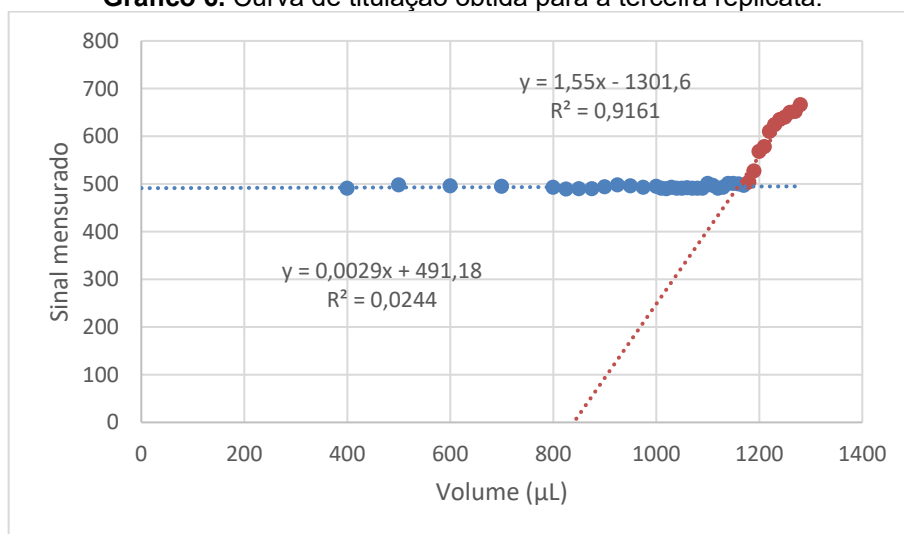
Para melhorar a precisão dos resultados, realizaram-se novas titulações, mas com adições menores de titulante próximo ao ponto de equivalência. Para isso, foram adicionados à cubeta 1,0 mL da solução de HCl 0,122 mol L⁻¹, 10 μL de fenolftaleína e observou-se a leitura do equipamento. Então foram acrescentados volumes de NaOH, realizando aferição de leitura entre cada um deles. Primeiro, dispensou-se 400 μL , então 4 alíquotas de 100 μL cada uma, 8 alíquotas de 25 μL e o restante de 10 μL , até o alcançar o ponto de viragem. Os gráficos abaixo representam cada replicata.

Gráfico 4. Curva de titulação obtida para a primeira replicata

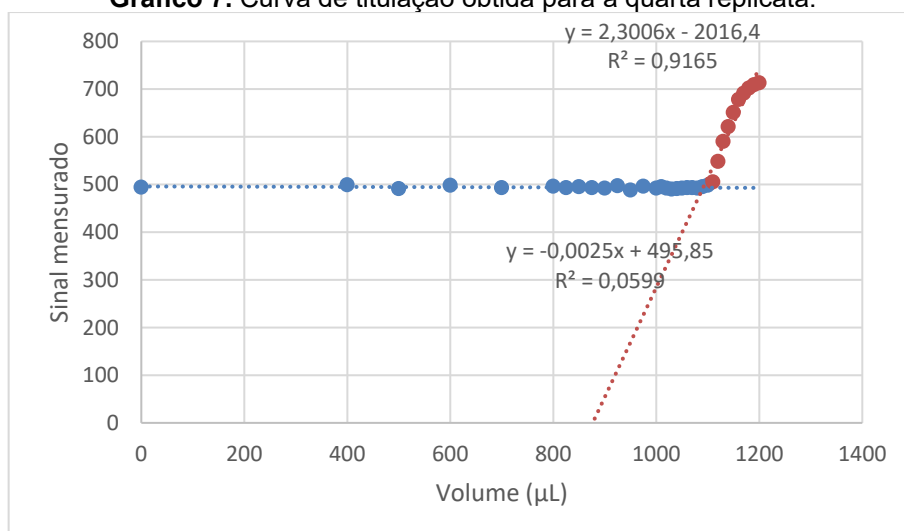
Fonte: autoria própria.

Gráfico 5. Curva de titulação obtida para a segunda replicata.

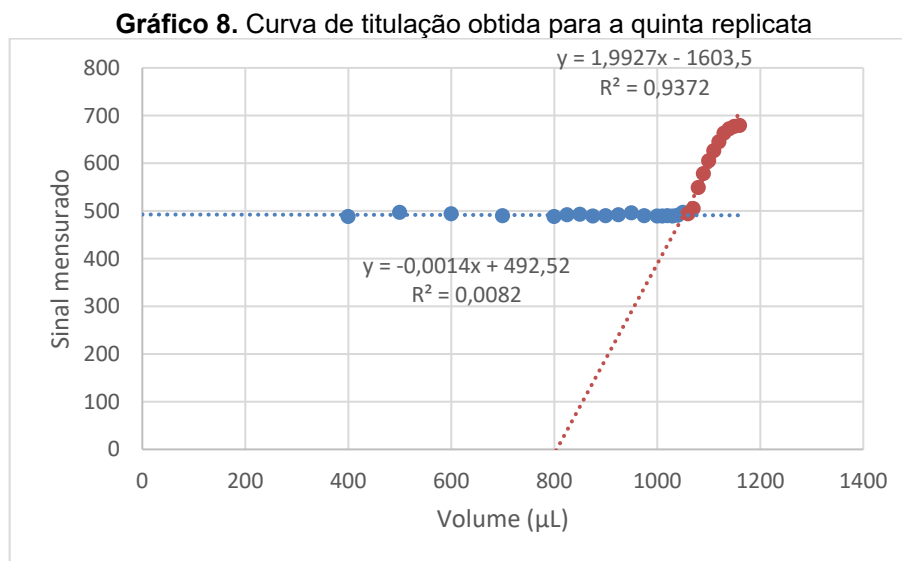
Fonte: autoria própria.

Gráfico 6. Curva de titulação obtida para a terceira replicata.

Fonte: autoria própria.

Gráfico 7. Curva de titulação obtida para a quarta replicata.

Fonte: autoria própria.



A partir das equações das retas, calculou-se o volume exato do ponto de viragem para cada uma das replicatas, obtendo-se volumes de 1093,4 μL para a primeira, 1048,6 μL para a segunda, 1158,8 μL para a terceira, 1090,8 μL para a quarta e 1051,1 μL para a quinta. Realizando a conversão em termos de concentração de HCl temos os seguintes resultados: 0,118 mol L^{-1} ; 0,113 mol L^{-1} ; 0,125 mol L^{-1} ; 0,118 mol L^{-1} e 0,113 mol L^{-1} , resultando em uma $[\text{HCl}] = 0,118 \pm 0,004$ mol L^{-1} , um erro de 4%. Este resultado reflete que a adição de menores quantidades próximas ao volume de equivalência produz valores mais precisos e exatos. Partindo desta condição otimizada realizou-se a análise das amostras nesta mesma situação.

5.4 ANÁLISE DAS AMOSTRAS

Ao todo foram analisadas 5 amostras de refrigerante de limão seguindo o procedimento listado acima e para validação dos resultados, as mesmas foram também analisadas por volumetria ácido-base. Os resultados obtidos são apresentados no quadro 1.

Quadro 1. Teor de ácido cítrico em amostras de refrigerante de limão, em g L⁻¹.

Amostra	Espectrofotometria	Volumetria
1	3,79±0,05	3,77±0,01
2	3,24±0,03	3,21±0,01
3	4,27±0,07	4,19±0,02
4	3,68±0,04	3,65±0,01
5	4,45±0,02	4,48±0,02

Fonte: autoria própria.

Os resultados obtidos demonstram que a metodologia desenvolvida gerou valores próximos aqueles encontrados pelo método oficial. A análise dos valores pelo teste t-Student pareado demonstrou que os valores são estatisticamente equivalentes ao nível de 95% de confiança. Demonstrando que o equipamento de baixo custo permite a realização de análises a parte da simples quantificação por reações colorimétricas.

6 CONCLUSÃO

O presente trabalho permitiu a investigação sobre a eficiência de um equipamento de baixo custo, assim como validar sua utilização para realização de análises em sala de aula e campo de pesquisa, auxiliando na construção do conhecimento para pesquisadores da área e indivíduos interessados.

A partir da otimização de parâmetros, o método desenvolvido mostrou-se consistente, apresentando excelentes resultados após a realização de análises em que foram adicionadas menores alíquotas de titulante (10 μL) próximo ao volume de equivalência. O erro de 4% demonstra que este equipamento e a metodologia desenvolvida são eficientes, pois, esta margem de erro manifesta a maior confiança nos resultados.

Nas análises de amostras reais, em comparação ao método convencional, os resultados também são muito satisfatórios, uma vez que apresentam 95% de confiança. Com isso, pode-se afirmar que a substituição de equipamentos usuais por equipamentos de baixo custo possuem menor complexidade e exprimem credibilidade e precisão.

Dado o contexto atual, onde as metodologias convencionais empregam grandes quantidades de matéria-prima, acarretando na vasta geração de resíduos, o método desenvolvido se mostra consoante com a Química Verde, uma vez que são aplicados pequenos volumes de reagentes durante os experimentos.

Visto a importância das análises espectrofotométricas no ensino da química instrumental, a democratização do acesso ao ensino se torna cada vez mais essencial. Neste cenário, são utilizados diversos equipamentos com elevados preços de mercado e, comumente é realizado rodízio de alunos para a utilização dos mesmos em sala de aula.

Nesse sentido, a utilização de equipamentos espectrofotométricos de baixo custo permite que os estudantes de química instrumental e profissionais da área possam trabalhar com confiabilidade e metodologia validada. Além disso, diminui o tempo e o preço investido em equipamentos e materiais, propiciando a replicação e aplicação em pesquisas futuras em diversas áreas do conhecimento.

REFERÊNCIAS

- ALVES, Camila S. **Aquisição Alimentar na Geografia da Obesidade Brasileira**. 2019. 77 f. Tese (Doutorado) – Centro de Estudos e Pesquisas em Agronegócios, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.
- ANTUNES, Anabela D. S. **Relatório de Estágio para obtenção do Grau de Mestre em Ensino de Física e Química no 3.º Ciclo do Ensino Básico e no Ensino Secundário**. 2013. 103 f. Relatório de Estágio (Mestrado). Universidade da Beira Interior. Covilhã, 2013.
- ARAÚJO, Hiram; IRIS, Ademário. **Análise Instrumental - Uma Abordagem Prática**. São Paulo: Grupo GEN, 2021. 9788521637486. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521637486/>>. Acesso em: 02 nov. 2021.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE REFRIGERANTES E DE BEBIDAS NÃO-ALCOÓLICAS. Volume de produção do mercado brasileiro de refrigerantes dos anos de 2010 a 2020. Brasília, 2020. Disponível em: <<https://abir.org.br/o-setor/dados/refrigerantes/>>. Acesso em: 19 ago. 2022.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE SUPERMERCADOS. Consumo de refrigerantes só deve apresentar recuperação em 2020. São Paulo, 2019. Disponível em: <<https://www.abras.com.br/clipping/bebidas/67449/consumo-de-refrigerantes-so-deve-apresentar-recuperacao-em-2020>>. Acesso em: 19 ago. 2022.
- BARBOSA, Gleisa. P. **Química Analítica - Uma Abordagem Qualitativa e Quantitativa**. São Paulo: Editora Saraiva, 2014. 9788536520179. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788536520179/>>. Acesso em: 31 out. 2021.
- BRASIL. Decreto nº 6871, de 4 de junho de 2009. Dispõe a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. **Diário Oficial da União**. Brasília, DF, 2009. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2009/decreto/d6871.htm>. Acesso em 20 ago. 2022.
- BRASILEIROS estão entre os 10 maiores consumidores globais de refrigerantes, vilões da saúde. BBC News Brasil. 13 abr. 2019. Disponível em: <<https://www.bbc.com/portuguese/geral-47806485>>. Acesso em: 20 ago. 2022.
- CHAVES, O. C. et al. Consumo de refrigerantes e índice de massa corporal em adolescentes brasileiros: Pesquisa Nacional de Saúde do Escolar. **Rev. Bras. Epidemiol.**, São Paulo, v. 21, s. 1, p. 1-13, nov. 2018. Disponível em: <<https://www.scielo.org/article/rbepid/2018.v21suppl1/e180010/pt/>>. Acesso em 21 jul. 2022.

CELESTINO, S. M. C. **Produção de Refrigerantes de Frutas**. Planaltina, DF: EMBRAPA Cerrados, 2010.

CORTES, Mônica S.; RAMOS, Luiz A.; CAVALHEIRO, Éder T. G. Títulações espectrofotométricas de sistemas ácido-base utilizando extrato de flores contendo antocianinas. **Química Nova**, v. 30, p. 1014-1019, 2007.

CROUCH, Stanley. R. **Fundamentos de Química Analítica: Tradução da 9ª edição norte-americana**. São Paulo: Cengage Learning Brasil, 2015.

9788522121373. Disponível em:

<<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788522121373/>>. Acesso em: 11 out. 2021.

HARRIS, D. **Análise Química Quantitativa**, 9ª edição. S.l.: Grupo GEN, 2017.

9788521634522. Disponível em:

<<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521634522/>>. Acesso em: 02 nov. 2021.

LEITE, Marcos A. P. **Fotômetro portátil de baixo custo: experimentação e contextualização no ensino de química da educação básica**. 2014. 107 f.

Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Ensino de Ciências e Matemática, Universidade Federal de Alagoas. Maceió, 2014.

LÜDKE, Everton. **Um espectrofotômetro de baixo custo para laboratórios de ensino: aplicações no ensino da absorção eletrônica e emissão de fluorescência**. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 32, p. 1506-1503, 2010.

MAGRI, Luiz P. **Quantificação de acidez titulável e Ph utilizando técnica potenciométrica como indicador de qualidade do leite bovino**. 2015. 78 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, Universidade Federal de Juiz de Fora. Juiz de Fora, 2015.

MOTA, Fábio A. C.; SANTANA, Genilson P. Sistemas fotométricos *home-made* que usam LED e LDR. **Scientia Amazonia**, Manaus (AM), v. 1, n.2, 23-27, jun. 2012.

OSAWA, Cibele C.; GONÇALVES, Lireny A. G. Titulação potenciométrica aplicada na determinação de ácidos graxos livres de óleos e gorduras comestíveis. **Química Nova**, v. 29, p. 593-599, 2006.

PEIXOTO, Gustavo H. B. **Desenvolvimento de um sistema de medição de iluminância**. 2019. 72 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Controle e Automação) – Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2019.

PONTES, Aline S. D. **Desenvolvimento de um fotômetro LED-Vis portátil e microcontrolado por Arduino**. 2014. 95 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa, 2014.

QUIROGA, Ana Lúcia B. Acidulantes: Funções e usos em alimentos. **FiB – Food Ingredients Brasil**. São Paulo, n. 37, p. 64-65, 2016. Disponível em: <https://revista-fi.com/upload_arquivos/201606/2016060143893001466685493.pdf>. Acesso em: 02 ago. 2022.

REIS, Rodrigo A. **Desenvolvimento de equipamento multifuncional portátil de baixo custo para determinações fotométricas, turbidimétricas, nefelométricas e fluorimétricas**. 2014. 72 f. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Química de Araraquara, Universidade Estadual Paulista. Araraquara, 2014.

RICHTER, C. A. **Tratamento de água**. São Paulo: Editora Blucher, 1991. 9788521217404. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521217404/>>. Acesso em: 04 nov. 2021.

SCHÄFER, Laura. **Desenvolvimento de um sistema de espectroscopia com matriz de detectores sensíveis à posição usando a plataforma Arduino**. 2017. 98 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Física II) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2019.

SOBRE - Agência Nacional de Águas - ANA - Organizações - Portal Brasileiro de Dados Abertos. **gov.br**. S.l. 25 ago. 2016. Disponível em: <<https://dados.gov.br/organization/about/agencia-nacional-de-aguas-ana>>. Acesso em: 02 nov. 2021.

SODRÉ, Fernando F. **Fontes Difusas de Poluição da Água: Características e métodos de controle**. Agricultura, v. 1, n. 2o, p. 3o, 2012.

SPUDEIT, Daniel A. **Determinação de parâmetros de qualidade do biodiesel utilizando espectrofotometria UV/Vis**. 2009. 35 f. Relatório de Estágio, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2009.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, R. C.; DENNEY, J. D. B.; THOMAS, M. J. K. **Análise Química Quantitativa**. São Paulo: Grupo GEN, 2002. 978-85-216-2580-3. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/978-85-216-2580-3/>>. Acesso em: 31 out. 2021. 6 ed.

APÊNDICE A - Código de programação do processador Arduino

Figura A-1. Código de controle do circuito LED-LDR.

```

//Sensor de luz com LDR

int ledPin = 7; //Led no pino 7
int ldrPin = 0; //LDR no pino analógico 8
int ldrValor = 0; //Valor lido do LDR

void setup() {
  pinMode(ledPin,OUTPUT); //define a porta 7 como saída
  Serial.begin(9600); //Inicia a comunicação serial
}

void loop() {
  ///ler o valor do LDR
  ldrValor = analogRead(ldrPin); //O valor lido será entre 0 e 1023

  //se o valor lido for maior que 500, liga o led
  if (ldrValor >= 800) digitalWrite(ledPin,HIGH);
  // senão, apaga o led
  else digitalWrite(ledPin,LOW);

  //imprime o valor lido do LDR no monitor serial
  Serial.println(ldrValor);
  delay(100);
}

```

Fonte: autoria própria.

Figura A-2. Código de controle do display.

```

#include <LiquidCrystal.h> // Adiciona a biblioteca "LiquidCrystal" ao projeto

LiquidCrystal lcd(12, 13, 7, 6, 5, 4); // Pinagem do LCD

void setup()
{
  lcd.begin(16, 2); // Inicia o lcd de 16x2
}

void loop()
{
  lcd.clear(); // Limpa o display
  lcd.setCursor(2, 0); // 2 = 2 colunas para a direita. 0 = Primeira linha
  lcd.print("Protagonismo"); // Imprime um texto
  lcd.setCursor(2, 1); // 2 = 2 colunas para a direita. 1 = Segunda linha
  lcd.print("Estudantil");
  delay(5000); // 5 segundos de delay

  lcd.clear();
  lcd.setCursor(3, 0);
  lcd.print("Turbidimetro");
  delay(5000);
}

```

Fonte: autoria própria.