



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

(21) **PI0900323-1 A2**

(22) Data de Depósito: 26/02/2009
(43) Data da Publicação: 16/08/2011
(RPI 2119)



★ B R P I 0 9 0 0 3 2 3 A 2 ★

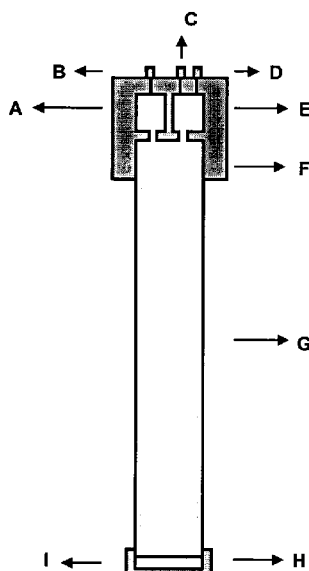
(51) *Int.Cl.:*
G01N 21/01 2006.01
G01J 3/46 2006.01

(54) Título: **CELA E PROCESSO PARA MEDIDA FOTOMÉTRICA**

(73) Titular(es): Universidade Estadual de Campinas - Unicamp

(72) Inventor(es): Adriana Vitorino Rossi, Luciana Foltram Martins, Matthieu Tubino

(57) Resumo: CELA E PROCESSO PARA MEDIDA FOTOMÉTRICA. A presente invenção trata de uma cela para medidas fotométricas com caminho ótico aumentado, para uso em laboratórios químicos e similares ou relacionados, que utiliza uma fonte de radiação, e um circuito fotossensível como detector para leituras de sinal em multímetro, ou outro medidor adequado como, por exemplo, voltímetro. As leituras fotométricas permitem estabelecer curvas analíticas para quantificação de soluções muito fracamente coloridas, como, por exemplo, nos casos previstos na norma ASTM D 1209.



“CELA E PROCESSO PARA MEDIDA FOTOMÉTRICA”

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção trata de uma cela para medidas fotométricas com caminho óptico aumentado, por uso de reflexão, para uso em laboratórios químicos e similares ou relacionados, que utiliza uma fonte de radiação, como por exemplo um LED (*light emitting diode*), emitindo um comprimento de onda adequado, e um circuito fotossensível como detector para leituras de sinal em multímetro, ou outro medidor adequado como, por exemplo, voltímetro. As leituras fotométricas permitem estabelecer curvas analíticas para quantificação de soluções fracamente coloridas, como, por exemplo, nos casos previstos na norma ASTM D 1209.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

A espectrofotometria se baseia no princípio de que quando a luz é absorvida por uma amostra, a energia radiante do feixe luminoso diminui. A energia radiante é a energia por segundo por unidade de área do feixe de luz. A luz passa por um monocromador (um prisma, uma rede de dispersão, ou mesmo um filtro) para selecionar um comprimento de onda. A luz monocromática atinge uma amostra, e a energia radiante do feixe que sai do outro lado da amostra é medida no detector (Harris, D.C.; *Análise Química Quantitativa*, 5ª ed., Livros Técnicos e Científicos, Rio de Janeiro, 1999).

O termo colorímetro restringe-se aos dispositivos visuais ou fotoelétricos para a região do visível, com uso de radiação em faixas relativamente largas de comprimento de onda. Espectrofotômetros podem incluir a radiação ultravioleta, dentre outras, e a radiação eletromagnética empregada é selecionada em estreitas faixas de comprimento de onda (Ewing, G.W.; *Instrumental Methods of Chemical Analysis*, Mc Graw Hill, New York, 1975).

Os componentes de instrumentos utilizados em espectrofotometria são: fontes de radiação, seletores de comprimento de onda, suporte ou recipiente para a amostra, detectores de sinal (transdutores de radiação), processadores de sinal e dispositivo de leitura (Skoog, D.A.; Holler,

F.J.; Nieman, T.A.; *Princípios de Análise Instrumental*, 5ª ed., Bookman, Porto Alegre, 2002). Usualmente, como fontes de radiação, podem ser utilizadas lâmpadas de deutério e de hidrogênio, argônio, de arco de xenônio, mercúrio, de filamento de tungstênio, de sólidos inertes, de vapor de mercúrio, de vapor
5 de sódio, de catodo oco, lasers e LEDs. Como seletores de comprimento de onda, pode-se utilizar filtros ou monocromadores. No caso de LEDs e lasers, a radiação emitida se encontra numa faixa relativamente estreita, de modo que o uso de filtros ou outro sistema de monocromação pode ser dispensado. Como suporte para a amostra podem ser usadas celas ou cubetas de quartzo (para a
10 região do UV-VIS), de vidro, de acrílico, ou de outro material transparente para a região de interesse do espectro.

A maioria das medidas fotométricas é realizada por fotômetros fotoelétricos, que em geral medem a intensidade de luz transmitida pela comparação entre a corrente elétrica de uma fotocélula excitada pela luz
15 que passa pela solução amostra e a corrente de uma fotocélula excitada pela luz que passa pelo solvente puro. De acordo com o procedimento usual para medidas fotométricas, emprega-se a luz em bandas estreitas de comprimento de onda, que se consegue pela passagem da luz através de filtros (materiais coloridos na forma de placas de vidro, gelatinas, etc) que transmitem a luz em
20 uma região espectral limitada, ou com uso de lasers ou LEDs.

Os espectrofotômetros convencionais utilizam normalmente celas com até 5 cm de caminho óptico, o que não permite a medida de soluções fracamente coloridas. Portanto celas fotométricas capazes de proporcionar um caminho óptico elevado constituem um problema ainda não
25 solucionado do estado da técnica.

Embora ainda não solucionado, diversas tentativas foram realizadas. O documento PI 0404862-8 também descreve um dispositivo para medição de soluções coloridas, porém o dito dispositivo não contempla a medição de soluções fracamente coloridas. A presente invenção apresenta
30 como diferencial celas com tamanhos variáveis e caminhos ópticos bastante elevados, o que é obtido inclusive pelo uso do fenômeno de refletância no

fundo da cela, permitindo a quantificações de soluções muito fracamente coloridas.

O documento US 2002/071123 descreve um equipamento contendo uma cela de fluxo com caminhos ópticos que podem variar (2, 10, 50, 100 ou 200 cm), mas a cela possui um diâmetro pequeno. Esta tecnologia existente possui uma cela com diâmetro reduzido, o que dificulta a limpeza e troca das soluções a serem medidas e torna sua implantação na linha de produção de indústrias mais difícil. Além disso, a necessidade de um computador torna maior o custo do equipamento, além de demandar um profissional mais capacitado para a operação.

A presente invenção difere deste documento por apresentar um equipamento com um diâmetro maior (1 pol). Além disso, a medição pode ser feita apenas com o auxílio de um multímetro. Dessa forma, as principais vantagens da presente invenção em relação ao estado da técnica são a robustez, a facilidade de limpeza e a facilidade de manipulação, além do custo reduzido.

O documento WO 2008/038324 descreve um equipamento contendo 3 arranjos de fotodiodos baseados em condutores orgânicos como sensores. Apesar de fornecer resposta em uma faixa de comprimento de onda mais ampla, o equipamento desta patente requer um custo maior de montagem e manutenção, além de sua construção ser mais complexa.

A presente invenção difere deste documento por possuir apenas um detector, usar a refletância para aumentar o caminho óptico, possuir custo menor de montagem e manutenção, além de sua construção ser mais simples e de fácil manipulação, inclusive em linha de produção. Além disso, os resultados podem ser obtidos diretamente em um multímetro, ou outro medidor simples, não requerendo sistemas mais complexos de tratamento de dados.

O documento US 7,400,404 descreve um equipamento necessitando de uma fonte de radiação e um sensor para detecção,

constituídos por fibras ópticas. Ele pode ainda incluir um arranjo de filtros de cores e vários sensores de cor, além de possuir um microprocessador para controle e cálculos e um sensor de temperatura.

5 A presente invenção difere deste documento por não necessitar destes componentes, que são caros e dificultam a montagem, a manutenção e a manipulação do equipamento.

O documento CA 694820 descreve um colorímetro que utiliza uma fonte de radiação elétrica, que provê uma fonte de luz tanto para a referência ou padrão, quanto para a amostra, sendo que o ângulo entre elas
10 deve ser cuidadosamente medido na montagem. Neste equipamento também são utilizados filtros e espelhos, que devem estar corretamente alinhados. A montagem desse equipamento mostra-se difícil, já que requer o correto alinhamento da fonte de radiação com a referência e com a amostra, dos espelhos e do detector.

15 A presente invenção difere deste documento por possuir montagem e manutenção muito mais simples, além de possuir menor custo de produção.

O documento CA 2529823 descreve um equipamento que proporciona a obtenção de medidas *in-line*, possuindo montagem
20 complexa, e custo e manutenção elevado. Além disso, a cela contendo a amostra não faz parte do equipamento, sendo conectada remotamente.

A presente invenção difere deste documento por propor um equipamento com custo bastante reduzido de montagem e manutenção, além de ser de fácil manipulação e limpeza, permitindo a obtenção de medidas
25 de forma fácil e rápida em uma linha de produção.

O artigo de Infante (Infante, C. M.C.; Rocha, F.R.P.; *Microchemical Journal* 90 (2008) 19-25) descreve uma cela possuindo caminho óptico variável de 1 a 100 cm, porém é construída em um capilar de sílica fundida, coberta com Teflon, com volume interno de 250 μ L. A presente
30 invenção difere deste documento pelo custo de construção da cela proposta

ser menor, em relação à cela do artigo, além de possuir uma manipulação e limpeza mais fácil, possibilitando o uso em linhas de produção.

O artigo de Ellis (Ellis, P.S.; Lyddy-Meaney, A.J.; Worsfold, P.J.; McKelvie, I.D.; *Analytica Chimica Acta* 499 (2003) 81-89) descreve uma cela de fluxo de multireflexão, na qual se estima que ocorram 19 reflexões dentro do capilar. Assim, a cela é o capilar.

A presente invenção difere deste documento pela cela de medidas ser um tubo de material adequado como, por exemplo, PVC, podendo, se desejado, usar outro tubo de vidro no interior e por ocorrer apenas um processo refletivo no fundo do tubo. Um número menor de reflexões minimiza o efeito de perda da intensidade da radiação em cada reflexão, o que poderia fazer com que a intensidade de radiação chegando ao detector seja muito pequena, dificultando assim a detecção.

O artigo de Fonseca (Fonseca, A.; Raimundo Jr. I.M.; *Analytica Chimica Acta* 522 (2004) 223-229) usa fibras ópticas para guiar a radiação do LED para a cela de medidas e desta para o detector (fotodiodo). O instrumento do artigo é controlado por um microcomputador.

A presente invenção difere deste documento por não necessitar de fibras ópticas e pelas medidas serem obtidas por um multímetro. Isso acarreta outras vantagens como baixo custo, já que não é necessário o uso de fibras ópticas, e uso de um multímetro ao invés do microcomputador; e fácil manipulação do equipamento, já que apenas deve-se saber operar um multímetro ou outro equipamento simples como, por exemplo, um voltímetro. Além destes aspectos, o equipamento do artigo de Fonseca e Raimundo acima citado, não tem a capacidade de medir a intensidade de cor de soluções fracamente coloridas.

O artigo de Gaião (Gaião, E.N.; Medeiros, E.P.; Lyra, W.S.; Moreira, P.N.T.; Vasconcelos, P.C.; Silva, E.C.; Araújo, M.C.U.; *Química Nova* 28 (2005) 1102-1105) descreve um equipamento com uma cela com caminho óptico de 1 cm, como nos espectrofotômetros convencionais. A presente invenção difere por apresentar uma cela com caminho óptico variável

entre 16 e 68 cm, que possibilita a quantificação de soluções fracamente coloridas, devido ao seu caminho óptico elevado, além de usar reflexão com o intuito de aumentar o caminho óptico.

O artigo de Hauser (Hauser, P.C.; Rupasinghe, T.W.T.;
5 Cates, N.E.; *Talanta* 42 (1995) 605-612) descreve um fotômetro que possui diversos LED como fonte de radiação. É usada uma cela de 1 cm de caminho óptico, como nos espectrofotômetros convencionais, e é necessário o uso de um amplificador.

A presente invenção difere deste documento pela cela
10 possuir um caminho óptico maior, e não ser absolutamente necessário o uso de um amplificador, já que o sensor utilizado, neste caso, possui pré-amplificação. Além disso, há a possibilidade de quantificação de soluções fracamente coloridas, o que não é possível de ser realizado no equipamento descrito no artigo, que possui cela com caminho óptico de apenas 1 cm,
15 análoga às celas dos espectrofotômetros convencionais.

O artigo de Ellis (Ellis, G.H.; Brandt, S.; *Analytical Chemistry* 21 (1949) 1546-1548) descreve um colorímetro fotoelétrico, no qual pode ser utilizada uma variedade de cubetas, incluindo cubetas com caminho óptico de 10 cm. Este equipamento é constituído por uma lâmpada, lente, filtro,
20 cubeta e um fototubo com detector, sendo que o sistema precisa estar alinhado.

A presente invenção difere deste documento por não necessitar do alinhamento rigoroso e por propor caminhos ópticos de até 68 cm, por usar reflexão, permitindo, assim, a análise de soluções fracamente
25 coloridas. A invenção proposta possui ainda menor custo de produção, além de ser de montagem e manutenção mais simples.

O artigo de Lau (Lau, K.T.; Yerazunis, W.S.; Shepherd, R.L.; Diamond, D.; *Sensors and Actuators B*. 14 (2006) 819-825) descreve um fotômetro possuindo um arranjo de LED como fonte de radiação, sendo que um
30 LED no infravermelho é utilizado como detector, e todos estes LED são colocados em uma placa. A distância entre a amostra e a placa contendo as

fontes de radiação e o detector é de 2 cm, sendo que ocorre uma reflexão antes que o detector seja atingido, gerando um caminho óptico de aproximadamente 4 cm. A leitura é realizada em um computador.

A presente invenção difere deste documento por gerar um caminho óptico de até 68 cm, permitindo a leitura de soluções fracamente coloridas. Além disso, não requer o uso de um microcomputador, o que reduz o custo do equipamento e o formato do equipamento proposto nesta invenção é totalmente diferente, permitindo manipulação mais fácil por parte do operador.

No equipamento proposto, que possui como diferenciais o baixo custo de produção e manutenção, as amostras são colocadas em uma cela feita a partir de um tubo rígido de PTFE grafitado (ou PVC, etc.), tendo em seu fundo uma tampa de PTFE grafitado contendo uma placa de PTFE em seu interior, a fim de servir como superfície refletora difusa, no caso, duplicando o caminho óptico da cela. No interior deste tubo, se desejado, pode ser usado outro de vidro. Além disso, as celas de medidas possuem comprimentos que variam entre 5 e 35 cm, o que resulta, em função da reflexão no fundo, em caminhos ópticos entre 10 e 70 cm, aproximadamente. Estes valores são bastante elevados, quando comparados aos espectrofotômetros convencionais. Isto permite que sejam realizadas análises de soluções muito fracamente coloridas, para as quais não se observa resposta satisfatória nos espectrofotômetros convencionais.

Além disso, destaca-se a possibilidade de realizar as medidas com as soluções diretamente na cela de PVC ou com o uso de um tubo de vidro colocado internamente à cela de PVC (ou PTFE, ou metal, etc.), facilitando a troca de soluções e a limpeza da cela, o que a torna muito versátil.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em um primeiro aspecto, a presente invenção provê uma cela fotométrica capaz de quantificar soluções muito fracamente coloridas por proporcionar um caminho óptico elevado aumentado pelo uso da reflexão no fundo da cela. O equipamento proposto pela presente invenção mede muito abaixo do valor de 0,10 de absorbância até próximo de zero de absorbância

com muita eficiência (o que colorímetros e espectrofotômetros convencionais não fazem) o que é fundamental para o controle de qualidade em muitos processos industriais e mesmo em outros campos.

É, portanto, um objeto da presente invenção uma célula
5 fotométrica na forma de um tubo principal, onde o dito tubo compreende:

- a) uma abertura superior;
- b) uma abertura inferior;
- c) uma fonte de radiação;
- d) um circuito detector; e
- 10 e) uma placa de material refletivo;

onde a solução a ser analisada está colocada dentro do tubo principal.

Em especial, o caminho óptico gerado possui até 68 cm, permitindo aumentos se necessário.

Em uma realização preferencial, o equipamento
15 apresenta apenas uma reflexão. Especificamente, a fonte de radiação e o circuito fotossensível encontram-se lado a lado em uma das extremidades do tubo e a placa de material refletivo encontra-se na extremidade oposta.

Em um segundo aspecto, a presente invenção provê um processo de medição de soluções fracamente coloridas e/ou diluídas através
20 do uso de uma cela que possui um caminho óptico elevado.

É portanto, um adicional objeto da presente invenção um processo para obtenção de medidas fotométricas compreendendo as etapas de:

- a) posicionar a amostra a ser analisada em uma cela;
- 25 b) irradiar a amostra com uma fonte de radiação; e
- c) medir a radiação irradiada;

onde:

- o caminho ótico é tal que a radiação irradiada sofre pelo menos uma reflexão; e

- a amostra a ser analisada possui uma concentração acima de 80% de transmitância, ou abaixo de 0,10 de absorbância.

Estes e outros objetos da presente invenção serão
5 melhor compreendidos e valorizados a partir da descrição detalhada da invenção e das reivindicações anexas.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A Figura 1 mostra um esquema do dispositivo para
medidas que caracteriza o presente invento (A: Circuito contendo o LED; B:
10 Alimentação do LED; C: Alimentação do sensor; D: Saída para o multímetro; E:
Circuito contendo o sensor; F: Tampa de PTFE grafitado; G: Tubo de PTFE
preto rígido; H: Tampa de PTFE grafitado; I: Placa de PTFE branco).

A Figura 2 mostra a curva analítica típica obtida como
dispositivo inventado.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Os exemplos mostrados a seguir apenas ilustram uma
das muitas formas de realizar a invenção. Por isso não devem ser encarados
de forma restritiva, mas sim de forma ilustrativa.

A presente invenção provê uma cela fotométrica capaz
20 de quantificar soluções muito fracamente coloridas por proporcionar um
caminho óptico elevado e sem perdas por reflexão. A cela da presente
invenção apresenta como principal vantagem o baixo custo de fabricação e
manutenção, e a fácil operação, quando comparada com os exemplos do
estado da técnica, além de, obviamente, permitir a medida de absorbância de
25 luz por soluções muito fracamente coloridas, o que não é possível em
espectrofotômetros convencionais.

Por permitir caminho óptico relativamente elevado (por
exemplo, da ordem de 54 cm), este equipamento permite a quantificação de
soluções muito fracamente coloridas, o que não se consegue em equipamentos
30 convencionais, como espectrofotômetros onde se usam cubetas com pequeno
caminho óptico. Além disso, o sistema proposto utiliza materiais de custo

consideravelmente inferior ao dos equipamentos para medidas fotométricas convencionais, apresenta grande simplicidade de montagem e manipulação para obtenção das medidas de forma robusta. Pode ser usado facilmente para medidas *in situ*, por exemplo, em plantas industriais.

5 A cela fotométrica apresenta-se na forma de um tubo principal, onde o dito tubo compreende:

- a) uma abertura superior;
- b) uma abertura inferior;
- c) uma fonte de radiação;
- 10 d) um circuito detector; e
- e) uma placa de material refletivo;

onde a solução a ser analisada está colocada dentro do tubo principal.

Preferencialmente, a fonte de radiação e o circuito detector encontram-se lado a lado em uma das extremidades do tubo e a placa de material refletivo encontra-se na extremidade oposta.

Em especial, o tubo principal é um tubo de um material rígido, como por exemplo PTFE grafitado, PVC, metal ou vidro. Preferencialmente o tubo é um tubo de PTFE preto. A solução a ser medida preenche o tubo principal ou pode opcionalmente, compreender um tubo interno para armazenar a solução a ser medida. Preferencialmente, esse tubo é um tubo de vidro. Podem, inclusive, ser usados tubos de vidro com as mesmas dimensões constantes da norma ASTM D 1209. Esta cela pode ter comprimentos variáveis, como, por exemplo, 85 mm, 170 mm e 270 mm (este último com dimensão análoga à recomendada para os testes do método ASTM D 1209) conforme a necessidade.

A abertura inferior é selada com a ajuda de tampa, confeccionadas com os mesmos materiais úteis na confecção dos tubos. A tampa superior contém a fonte de luz e o detector.

Em uma realização preferencial, na parte inferior deste tubo principal, há uma tampa confeccionada em PTFE grafitado, contendo uma placa de material refletivo adequado. Exemplos de materiais refletivos incluem

o próprio PTFE ou materiais metálicos ou metalizados, de cores adequadas, como por exemplo, branca. A presente invenção utiliza uma placa de PTFE branca. Esta superfície refletora serve para aumentar o caminho óptico da radiação através da solução a ser medida, uma vez que a reflete de volta para a superfície da solução em direção ao detector. Isto aumenta a sensibilidade das leituras.

Para fechar a parte superior do tubo há uma tampa em PTFE grafitado, embora possa ser outro material adequado. A tampa superior possui dois compartimentos: em um dos compartimentos, encontra-se a fonte de radiação, escolhida dentre as comumente utilizadas e conhecidas do estado da técnica. Preferencialmente a fonte de radiação é um LED, associada a um circuito. O circuito do LED possui uma abertura, a qual opcionalmente pode ter janela protetora de vidro, ou plástico ou outro material transparente; pode ainda opcionalmente conter uma lente, ou sistema de lentes, para focalizar a incidência da radiação que percorre a solução no tubo principal. O circuito contendo o LED é conectado a uma fonte de alimentação adequada de eletricidade, permitindo a aplicação de diferentes voltagens. A alimentação do LED pode ser adaptada externamente ou incluída no corpo da tampa superior do tubo, conforme desejado, podendo haver as duas opções simultâneas. Esta fonte pode ter, inclusive, voltagem fixa, se desejado.

No outro compartimento da tampa fica localizado o circuito contendo o detector, também contendo uma abertura para que o sinal chegue a ele. Esta abertura, como no caso do outro compartimento da tampa, pode opcionalmente conter janela adequada com ou sem lente(s), neste caso para focalizar a incidência da radiação para atingir o detector. Já o circuito com o detector pode ser ligado a um multímetro, potenciômetro ou voltímetro externo, para obtenção de medidas de voltagem (ou outro sinal coerente). Em lugar do multímetro, potenciômetro ou voltímetro externo pode ser colocado um circuito com display indicador no próprio equipamento, de modo a compactá-lo. Para a alimentação do circuito detector pode ser usada uma fonte adequada de voltagem, variável ou não.

Em uma realização preferencial, o sistema de emissão (fonte de luz) e o detector ficam, ambos, na base e a parte refletora ficar na parte superior do equipamento sem que se altere a idéia conceitual deste equipamento.

5 As soluções e/ou compostos que podem ser analisados por esse equipamento são escolhidos dentre soluções que apresentam coloração naturalmente muito fracas ou soluções muito diluídas de compostos ou, ainda, compostos no seu estado puro ou em mistura, que apresentam coloração muito fraca. Por coloração fraca entende-se soluções com
10 absorbância menor que 0,10 e por soluções muito diluídas entende-se soluções com concentrações menores que 15% p/p.

Exemplos de compostos que são capazes de serem determinados pela presente invenção incluem, sem limitações, bisfenol epóxi, etanol, hidroperóxido de cumeno, ácido salicílico e ciclohexanol.

15 A **Figura 1** esquematiza o dispositivo para as medidas, incluindo a cela com as tampas onde os respectivos circuitos do LED e do detector são inseridos. A cela de medidas dimensiona o dispositivo de forma genérica, com diâmetro interno de 12,5 mm e comprimento de 85 mm, 170 mm e 270 mm (este último com dimensão análoga à recomendada para os testes
20 do método ASTM D 1209).

O processo de obtenção de medidas fotométricas descrito na presente invenção é um processo que se utiliza de um elevado caminho óptico da cela utilizada para realizar a medição de soluções e/ou compostos, conforme descrito acima.

25 Em uma realização preferencial, o processo da presente invenção compreende as etapas de:

- a) posicionar a amostra a ser analisada em uma cela;
 - b) irradiar a amostra com uma fonte de radiação; e
 - c) medir a radiação irradiada;
- onde:

30

- o caminho ótico é tal que a radiação irradiada sofre pelo menos uma reflexão; e

- a amostra a ser analisada possui uma concentração acima de 80% de transmitância, ou abaixo de 0,10 de absorbância.

Preferencialmente, a cela utilizada nesse processo é uma cela de acordo com a presente invenção, com um caminho óptico de até 70cm, e dotada de uma placa refletora capaz de gerar somente uma reflexão.

Para realização das medidas fotométricas, utiliza-se como fonte de luz um LED posicionado lateralmente ao detector, incluindo uma separação física de modo que a incidência de outra radiação sobre o detector, que não aquela que passa pela solução em análise contida no tubo de PTFE grafitado, seja minimizada. O LED pode ser alimentado por uma fonte adequada que fornece voltagem variável, o que torna possível a variação da voltagem, permitindo, assim, a seleção da voltagem que forneça maior sensibilidade. A cela de medidas constituída pelo tubo de PTFE, ou o tubo de vidro contido no seu interior se esta for a opção, é totalmente preenchida com a solução a ser medida. Em seguida, coloca-se a tampa na parte superior do tubo e a medida da voltagem é indicada pelo multímetro ou por um medidor adequado.

Para medidas fotométricas quantitativas, é preciso que inicialmente seja construída uma curva analítica, que é um gráfico que relaciona o valor do sinal indicado no multímetro (ou em outro medidor adequado) com a concentração da substância, ou substâncias, de interesse presente(s) na solução que é introduzida no tubo para análise. Após a construção desta curva, faz-se a medida da voltagem, ou outra unidade adequada, utilizando-se a solução contendo a amostra a ser quantificada. Interpolando este valor na curva analítica, encontra-se o valor da concentração da(s) substância(s) de interesse na amostra.

Na **Figura 2**, descreve-se uma curva analítica típica, obtida em estudos relacionando a voltagem (V) medida no multímetro,

utilizando-se um LED azul como fonte alimentado com 4,5 V, com a concentração (C), sendo esta relação descrita por:

$$V = 0,3005 + 4,410 e^{(-0,2120 C)} \quad \text{Equação 1}$$

Se desejado, esta relação pode ser escrita na forma

5 linear como por exemplo:

$$\ln(V - 0,3005) = \ln 4,410 - 0,2120 C \quad \text{Equação 2}$$

Na tabela a seguir, estão exemplificados alguns dos resultados obtidos com o instrumento aqui proposto em comparação com o método ASTM 1209 que é visual, o que torna muito difícil obter dados exatos e precisos, não somente pelo caráter subjetivo da medida como, também, pelo cansaço visual.

Tabela 1. Concentrações obtidas com cela de 340 mm sem tubo de vidro e pelo método ASTM (valores em unidades de Pt-Co)

Amostra	Instrumento proposto	Método ASTM Visual
2-2-bis-(4-hidroxifenil)-propano	21,5	46 a 64
Ácido salicílico em etanol	18	5
Ácido salicílico em solução aquosa contendo carbonato de sódio	24	8

Tabela 2. Voltagem e absorbância de soluções Pt-Co na cela de 34 cm (caminho óptico de 68 cm) sem uso de tubo de vidro interno e comparação com valor de absorbância medida em espectrofotômetro comercial com cela de 1 cm.

Unidades Pt-Co	Voltagem média $\pm s$	Absorbância média $\pm s$	Absorbância em espectrofotômetro $\pm s$
0	$1,33 \pm 0,04$	0	0
2	$1,186 \pm 0,007$	$0,049 \pm 0,003$	-
5	$0,82 \pm 0,09$	$0,086 \pm 0,005$	$0,002 \pm 0,001$

10	$0,94 \pm 0,01$	$0,152 \pm 0,002$	-
25	$0,705 \pm 0,003$	$0,275 \pm 0,002$	-
50	$0,605 \pm 0,003$	$0,342 \pm 0,002$	-
70	$0,527 \pm 0,004$	$0,402 \pm 0,003$	-
100	$0,413 \pm 0,005$	$0,509 \pm 0,005$	$0,021 \pm 0,001$
150	$0,402 \pm 0,003$	$0,520 \pm 0,003$	-
200	$0,399 \pm 0,002$	$0,524 \pm 0,002$	-
250	$0,324 \pm 0,001$	$0,616 \pm 0,002$	$0,059 \pm 0,001$
350	$0,32 \pm 0,02$	$0,620 \pm 0,006$	$0,084 \pm 0,002$
400	$0,299 \pm 0,005$	$0,651 \pm 0,007$	-
500	$0,297 \pm 0,006$	$0,653 \pm 0,008$	$0,122 \pm 0,002$

Reivindicações

CELA E PROCESSO PARA MEDIDA FOTOMÉTRICA

1. Célula para medida fotométrica caracterizada por
5 apresentar-se na forma de um tubo principal, onde o dito tubo compreende:
 - a) uma abertura superior;
 - b) uma abertura inferior;
 - c) uma fonte de radiação;
 - d) um circuito detector; e
 - 10 e) uma placa de material refletivo;onde a solução a ser analisada está colocada dentro do tubo principal.
2. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo tubo principal ser constituído de um material rígido escolhido do grupo que compreende PTFE grafitado, PVC, metal, vidro e combinações dos mesmos.
- 15 3. Cela, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo material ser PTFE preto.
4. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pela solução a ser analisada ser armazenada em um tubo interno ao tubo principal.
- 20 5. Cela, de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo tubo interno ser de vidro.
6. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pela fonte de radiação ser LED.
7. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
25 pelo circuito detector estar conectado a um multímetro, pontenciômetro ou voltímetro ou outro instrumento de medição.
8. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo material refletivo ser uma placa de PTFE branco.
9. Cela, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
30 pela solução a ser analisada ser composta de bisfenol epóxi, etanol,

hidroperóxido de cumeno, ácido salicílico, ciclohexanol e combinações dos mesmos.

10. Cella, de acordo com a reivindicação 9, caracterizada pela solução a ser analisada possuir uma concentração muito acima de 80% de transmitância, ou abaixo de 0,10 de absorbância.

11. Cella, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por compreender:

- uma tampa superior, posicionada na abertura superior, que contém aberturas para a fonte de radiação e o detector; e
- uma tampa inferior, posicionada na abertura inferior, que contém a placa de material refletivo.

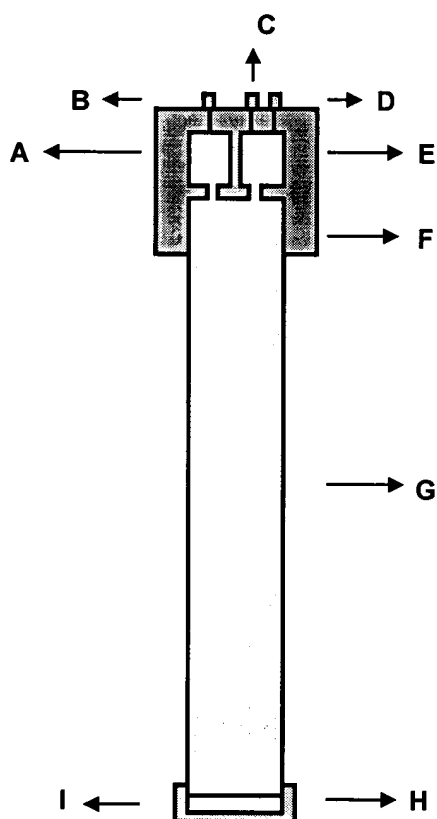
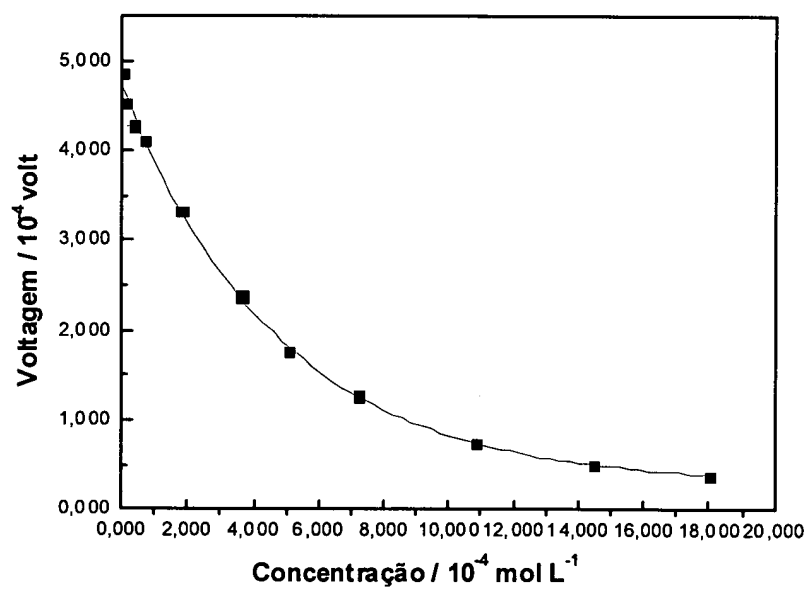
12. Cella, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por compreender:

- uma tampa inferior, posicionada na abertura inferior, que contém aberturas para a fonte de radiação e o detector; e
- uma tampa superior, posicionada na abertura superior, que contém a placa de material refletivo.

13. Processo para obtenção de medida fotométrica caracterizado por compreender as etapas de:

- a) posicionar a amostra a ser analisada em uma cela;
 - b) irradiar a amostra com uma fonte de radiação; e
 - c) medir a radiação irradiada;
- onde:
- o caminho ótico é tal que a radiação irradiada sofre pelo menos uma reflexão; e
 - a amostra a ser analisada possui uma concentração acima de 80% de transmitância, ou abaixo de 0,10 de absorbância.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo caminho ótico possuir um tamanho de até 70 cm.

**FIGURA 1****FIGURA 2**

Resumo**CELA E PROCESSO PARA MEDIDA FOTOMÉTRICA**

A presente invenção trata de uma cela para medidas fotométricas com
5 caminho ótico aumentado, para uso em laboratórios químicos e similares ou
relacionados, que utiliza uma fonte de radiação, e um circuito fotossensível
como detector para leituras de sinal em multímetro, ou outro medidor adequado
como, por exemplo, voltímetro. As leituras fotométricas permitem estabelecer
curvas analíticas para quantificação de soluções muito fracamente coloridas,
10 como, por exemplo, nos casos previstos na norma ASTM D 1209.