



CLORETO DE SÓDIO COMO ALTERNATIVA NO PASTILHAMENTO DE ANALITOS SÓLIDOS  
PARA ANÁLISE POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO EM AULAS DE QUÍMICA  
INSTRUMENTAL

SODIUM CHLORIDE AS AN ALTERNATIVE FOR PELLETING SOLID ANALYTES IN INFRARED  
SPECTROSCOPY ANALYSIS FOR INSTRUMENTAL CHEMISTRY CLASSES

Camila Ortulan Pereira<sup>1, i</sup>  
Roniel Augusto de Souza<sup>2, ii</sup>  
Maria Isabel Melquiades<sup>3, iii</sup>  
Thiago de Carvalho Cipriano<sup>4, iv</sup>

Data de submissão: (19/03/2025) Data de aprovação: (25/08/2025)

**RESUMO**

Com foco no desenvolvimento das técnicas analíticas instrumentais e científicas para alunos da área química, este trabalho apresenta a possibilidade de substituição de um consumível por outro, de menor custo, possibilitando assim maior acessibilidade à reagentes para preparação de amostras para aulas práticas de Espectrometria no Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR). Para isso utilizou-se cloreto de sódio (NaCl P.A., >99%) como matriz na dissolução de amostras sólidas. Seus espectros foram analisados e comparados com o sal mais indicado para as análises, o brometo de potássio (KBr). Os pastilhamentos seguiram o mesmo método de preparo, ~30 mg de sal por pastilha e incorporação de uma quantidade fixa (1% m/m) de cafeína anidra para análise. Como resultado, foi visto que o NaCl não impactou nas análises qualitativas, principalmente nas bandas que surgiram entre 500 a 2500  $\text{cm}^{-1}$ , utilizadas para caracterizar os principais grupos funcionais da cafeína. Ademais, fatores como sua característica higroscópica também não invalidam a sua utilização como uma valiosa ferramenta de aprendizado. Dessa maneira, este trabalho sugere o uso de NaCl em vez de KBr como uma alternativa de baixo custo para o ensino. A substituição se mostra viável e didaticamente vantajosa.

**Palavras-chave:** espectroscopia no infravermelho; pastilhamento; ensino química instrumental.

**ABSTRACT**

This study focuses on developing instrumental and scientific analytical techniques for undergraduate chemistry students. It explores the feasibility of replacing a common, high-cost consumable with a lower-cost alternative to improve accessibility to reagents for practical Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR) classes. Sodium chloride (NaCl P.A., >99%)

<sup>1</sup> Instrutora de Formação Profissional na Escola SENAI Ricardo Figueiredo Terra em Paulínia. E-mail: camila.ortulan@sp.senai.br

<sup>2</sup> Instrutor de Formação Profissional na Escola SENAI Ricardo Figueiredo Terra em Paulínia. E-mail: roniel.souza@sp.senai.br

<sup>3</sup> Analista de laboratório na Bayer CropScience. E-mail: mariaisabelmelquiades@gmail.com

<sup>4</sup> Especialista em tecnologia e pesquisador no Instituto SENAI de Inovação em Materiais Avançados. E-mail: thiago.cipriano@sp.senai.br



was tested as a low-cost matrix for dissolving solid samples, and its spectra were compared with those obtained using potassium bromide (KBr), the recommended standard. Both pellet preparations followed the same method:  $\pm 30$  mg of the salt matrix was used per pellet, incorporating a fixed amount (1% m/m) of anhydrous caffeine. The results show that NaCl does not compromise the qualitative analysis of caffeine. Specifically, the bands between 500 and  $2500\text{ cm}^{-1}$  crucial for characterizing the main functional groups of the molecule remained unaffected. Additionally, the hygroscopic nature of NaCl did not invalidate its use as a valuable educational tool. In conclusion, this work suggests that using NaCl instead of KBr is a viable and didactically advantageous low-cost alternative for teaching FT-IR. The substitution is a practical way to enhance learning opportunities in the laboratory.

**Keywords:** infrared spectroscopy, pelleting, instrumental chemistry classes

## 1 INTRODUÇÃO

Embora existam diversos recursos didáticos para auxiliar no processo de ensino aprendizagem, ministrar aulas de análises instrumentais em cursos de química é sempre um desafio para professores devido, não só aos constantes avanços tecnológicos na área da instrumentação analítica, mas também à disponibilidade de equipamentos e seus consumíveis, que muitas vezes são custosos e necessitam de instalações/condições específicas (Postigo *et al.*, 2021; Marques, 2021). Para a formação de um profissional técnico da área de química, entretanto, é muito importante que o aluno desenvolva capacidades técnicas e científicas relativas à realização de análises instrumentais, uma vez que é uma promissora linha do campo de trabalho que ele poderá atuar depois de formado (SENAI, 2022; Castro *et al.*, 2014).

Geralmente, em cursos técnicos, os equipamentos analíticos e os consumíveis em aulas práticas são recursos escassos, diminuindo as possibilidades de experimentação e consequentemente provocando uma lacuna no conhecimento dos estudantes. A experimentação em aulas de química é fundamental, não só para agregar conhecimento, mas também para despertar o interesse do aluno, ilustrando aplicações práticas da teoria estudada em sala de aula (Marques, 2021).

Uma das técnicas fundamentais em química instrumental moderna é a espectroscopia na região do infravermelho, pois permite uma rápida aquisição de resultados, que fornecem dados importantes quando se fala de caracterização química de materiais e uma ampla gama de aplicações. Esta técnica instrumental pode ser uma das alternativas mais rápidas em situações de aprendizagem, pois são bastante eficientes quando corretamente conduzidas e permitem possibilidades de análises de amostras em estado sólido, líquido ou gasoso, enriquecendo as aulas tanto de química instrumental quanto de química orgânica. Por este fato, o uso desses equipamentos vem também crescendo em laboratórios de ensino (Leite & Prado, 2012).

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Determinação espectroscópica na região do infravermelho

A radiação na região do infravermelho (IV) situa-se, no espectro eletromagnético, entre as regiões do visível e do micro-ondas e pode ser dividida entre infravermelho próximo

( $14290\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ ), distante ( $700\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ ) e a faixa mais utilizada na análise e caracterização de materiais chamada de IV médio, situada entre  $4000$  e  $400\text{ cm}^{-1}$ . A técnica aproveita a interação entre a luz infravermelha e as moléculas de uma substância para fornecer informações sobre sua estrutura molecular de acordo com seus estados vibracionais (Cienfuegos & Vaitsman, 2000; Pavia *et al.*, 2018)..

O uso desta radiação é uma poderosa ferramenta na análise química instrumental e amplamente utilizada em diversas áreas correlatas, incluindo bioquímica, alimentos, farmacologia e ciência dos materiais. Ao contrário da espectroscopia convencional, que analisa a intensidade da luz emitida em diferentes comprimentos de onda, a técnica de infravermelho (FT-IR) utiliza a Transformada de Fourier para converter os sinais de entrada em um espectro completo de frequência, resultando em dados de alta resolução e sensibilidade (Cienfuegos & Vaitsman, 2000; Pavia *et al.*, 2018).

Uma das principais vantagens da espectrometria FT-IR é sua capacidade de fornecer espectros detalhados e precisos em um curto espaço de tempo. A Transformada de Fourier permite a coleta simultânea de todo o espectro infravermelho, o que acelera significativamente o processo de análise em comparação com métodos de varredura convencionais. Além disso, a alta resolução espectral oferecida pela FT-IR possibilita a identificação precisa de diferentes grupos funcionais em uma amostra, fornecendo padrões espectrais característicos como se fossem “impressões digitais” das substâncias, permitindo aos pesquisadores e analistas caracterizarem com precisão a composição química e estrutura molecular de materiais complexos (Cienfuegos & Vaitsman, 2000; Berthomieu & Hienerwadel, 2009).

Assim, uma aplicação valiosa da espectrometria FT-IR é sua capacidade de análise qualitativa de amostras. Por meio da comparação de espectros infravermelhos de amostras desconhecidas com bibliotecas de espectros padrão, é possível identificar substâncias desconhecidas. Isso torna a FT-IR uma ferramenta essencial em áreas como, por exemplo, o controle de qualidade na indústria (Ramírez-Hernández, 2019; Pavia *et al.*, 2018; Skoog, 2006; Cienfuegos & Vaitsman, 2000).

## 2.2 Técnica de Pastilhamento.

As principais técnicas de análise no FT-IR são determinadas pelo método de preparação da amostra e pela forma como a radiação interage com ela. As técnicas mais comuns utilizadas são por reflexão total atenuada (ATR), por reflexão ou por transmitância (Pavia *et al.*, 2018). A técnica de análise no infravermelho por transmitância utiliza pastilhas de KBr (brometo de potássio) para diluição de amostras sólidas com pequena granulometria (forma de pó). Estas amostras, misturadas ao KBr em porções definidas, são submetidas à fragmentação e homogeneização seguida de modelagem e prensagem para formar a pastilha (Cienfuegos & Vaitsman, 2000).

Este sal inorgânico (KBr) é utilizado pois, ao diluir a amostra sólida, ele se torna uma matriz não absorvente no infravermelho, ou seja, opticamente transparente, não interagindo com a radiação eletromagnética. Assim, a qualidade do KBr utilizado é de fundamental importância na obtenção de um bom espectro no infravermelho e, geralmente, utiliza-se reagente com grau de pureza especial para espectrometria.

Um outro aspecto fundamental é a propriedade higroscópica desse sal que requer sua secagem *overnight* (período aproximado de 12 horas) previamente ao uso. Isso porque,

quando úmido, seu espectro apresenta bandas marcantes de transmitância na região de  $3400\text{ cm}^{-1}$ , conhecida pela presença de ligações -OH, proveniente da água, podendo assim, interferir no resultado espectral do analito ao qual foi misturado (Borka, 1975).

Embora diversos métodos recomendem o uso do KBr para o pastilhamento de analitos, esse reagente, conforme citado deve, além de ser isento de umidade, ter grau de pureza espectrométrico (Borka, 1975). Isso faz com que o procedimento encareça, resultando em uma grande desvantagem quando usamos a técnica com fins didáticos para estudo instrumental.

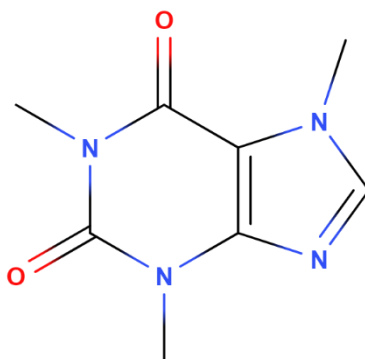
Dessa maneira, esse estudo propõe o uso do cloreto de sódio (NaCl) grau para análise (P.A. >99%) como alternativa ao uso do KBr na dissolução de analitos sólidos. Esse outro sal inorgânico tem propriedades semelhantes ao KBr em termos de cristalografia e transparência ao IV em larga faixa espectral, aproximadamente de  $0,2\text{ }\mu\text{m}$  (ultravioleta próximo) até cerca de  $15\text{ }\mu\text{m}$  (infravermelho médio). A transparência deve-se às suas ligações químicas e estrutura cristalina que não possuem modos vibracionais ativos nas faixas espectrais citadas, sendo inclusive já utilizado como janelas de cristais para FT-IR (Pavia *et al.*, 2018).

Além disso, esse sal, em comparação ao KBr, tem valor de mercado muito mais baixo, tornando análises em laboratórios de ensino menos custosas. Segundo Nascimento (2016), o cloreto de sódio tem a vantagem de ter o custo mais baixo, entretanto, ao usá-lo, a leitura só pode ser feita na faixa de  $4000\text{ a }650\text{ cm}^{-1}$ , pois a partir daí ele começa a absorver. Já o brometo de potássio possui um custo mais elevado, porém permite a leitura em toda região do IV. Uma outra desvantagem é também seu caráter higroscópico, necessitando secagem prévia à sua utilização para retirada da umidade, assim como o KBr.

### 2.3 A escolha do analito

A cafeína (1,3,7-trimetilxantina, Figura 1) é um alcaloide encontrado em grande quantidade nas sementes de café, chá verde, produtos vegetais, cacau, guaraná e erva-mate. Uma xícara de café pode conter em média cerca de 80 mg de cafeína, enquanto uma lata de refrigerante de cola tem em torno de 34-41 mg (Andrade, J. B.; Pinheiro, H. L. C.; et al, 1995).

Figura 1. Molécula de cafeína



Fonte: MolView

Segundo Barros *et al.* (2020), pode-se usar a cafeína para determinar a qualidade do café, que é determinada por diversos fatores, dentre eles a composição química do grão, sendo, portanto, uma molécula interessante para estudo em aulas práticas de química. A

mesma substância pode ainda ser abordada em conjunto com aulas de química orgânica e instrumental, uma vez que contém em sua estrutura grupos funcionais como amida, amina e imida (Figura 1).

Nesse contexto, a espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR) é um método rápido e de grande utilidade na análise qualitativa em bases orgânicas, como a cafeína, devido à sua capacidade de identificar grupos funcionais por meio da absorção da radiação infravermelha. Para análises quantitativas, a cafeína apresenta bandas características no infravermelho, especialmente na região entre  $1700\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$  (C=O da amida) e  $1250\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$  (vibrações C-N), que podem ser exploradas para quantificação, entretanto, há limitações. Embora a absorvância na região do infravermelho possa ser correlacionada com a concentração da cafeína de acordo com a Lei de Lambert-Beer, a quantificação exige que as condições experimentais sejam rigorosamente controladas. Em amostras complexas como bebidas energéticas e chás, interferências de outros compostos podem dificultar não só a identificação como também a quantificação exata da cafeína por este método. Adicionalmente, a aplicação do FTIR para análises quantitativas requer calibração com padrões e tratamento estatístico dos dados.

Diante do exposto e considerando não só a relevância citada da cafeína como analito modelo como também a disponibilidade de seu padrão no laboratório de trabalho deste estudo, essa substância foi escolhida para os testes experimentais, permitindo avaliar a aplicabilidade da técnica FT-IR e de diferentes sais na preparação de pastilhas para a identificação de compostos orgânicos.

### 3 METODOLOGIA

Todos os espectros foram obtidos por transmitância em um espectrômetro de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer modelo *Spectrum Two*. A resolução espectral foi de  $2\text{ cm}^{-1}$ , com faixa de número de onda de  $4000\text{ a }550\text{ cm}^{-1}$ .

Para avaliar a aplicação de sais inorgânicos na composição de pastilhas para análise em FT-IR, foram utilizados dois diferentes sais: brometo de potássio grau espectrométrico (>99%), um sal já bastante utilizado nesta técnica, e cloreto de sódio (P.A., 99,5%).

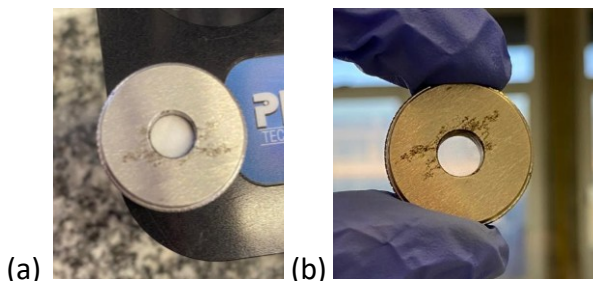
Previamente aos experimentos, os sais escolhidos para os testes foram secos em estufa, a  $110^{\circ}\text{C}$  por 12 horas e mantidos em dessecador para resfriamento. Cada sal foi analisado puro, em triplicata, antes e após a secagem, além da sua posterior análise contendo a cafeína como analito. Todos os experimentos foram conduzidos em sala com temperatura controlada ( $20^{\circ}\text{C}$ ) para garantir controle da umidade atmosférica e melhor desempenho do instrumento.

#### 3.1 Preparo e análise das pastilhas somente com o sal puro

Para uniformizar as pastilhas, entre 100 a 200 mg do sal foram adicionados em almofariz de ágata e homogeneizadas com pistilo. Em seguida, cerca de 30 mg do reagente foram adicionados, em balança analítica, no molde de metal (Figura 2). Por fim, o sal foi prensado no molde por cerca de 1 minuto utilizando uma prensa hidráulica com aplicação de cerca de 2 toneladas. Esse processo é necessário para compactar o sal e formar a pastilha. A pastilha foi analisada no software *Spectrum* no intervalo de número de onda entre 4000 e 550

$\text{cm}^{-1}$ , posicionando-a no suporte do aparato de transmitância entre o feixe e o detector. O procedimento todo foi realizado em triplicata para cada sal.

**Figura 2. Pastilha com o sal de KBr dentro do molde antes (a) e após (b) a prensagem**

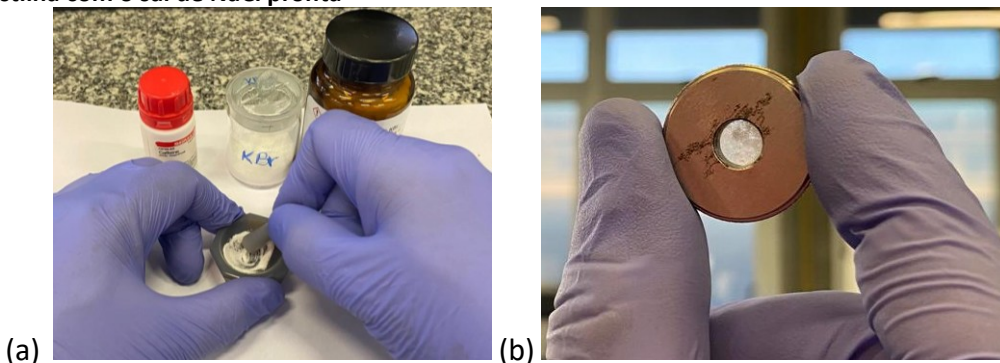


Fonte: elaborada pelo autor.

### 3.2 Preparo e análise das pastilhas com cafeína

Para o preparo das pastilhas com o analito, novamente entre 100 e 200 mg do sal foram adicionadas em almofariz de ágata e homogeneizadas com pistilo. Em seguida, cerca de 1% (m/m) de analito (1 a 2 mg) padrão de cafeína anidra grau cromatográfico (fornecedor Sigma-Aldrich) foram adicionados ao almofariz e homogeneizados junto com o sal (Figura 3). Dessa mistura, foram pesados cerca de 30 mg no molde de metal e comprimidos por cerca de 1 minuto utilizando uma prensa hidráulica com aplicação de cerca de 2 toneladas. O procedimento foi realizado em triplicata para cada sal.

**Figura 3. (a) Homogeneização do KBr junto ao padrão de cafeína em almofariz e pistilo de ágata. (b) Pastilha com o sal de NaCl pronta**

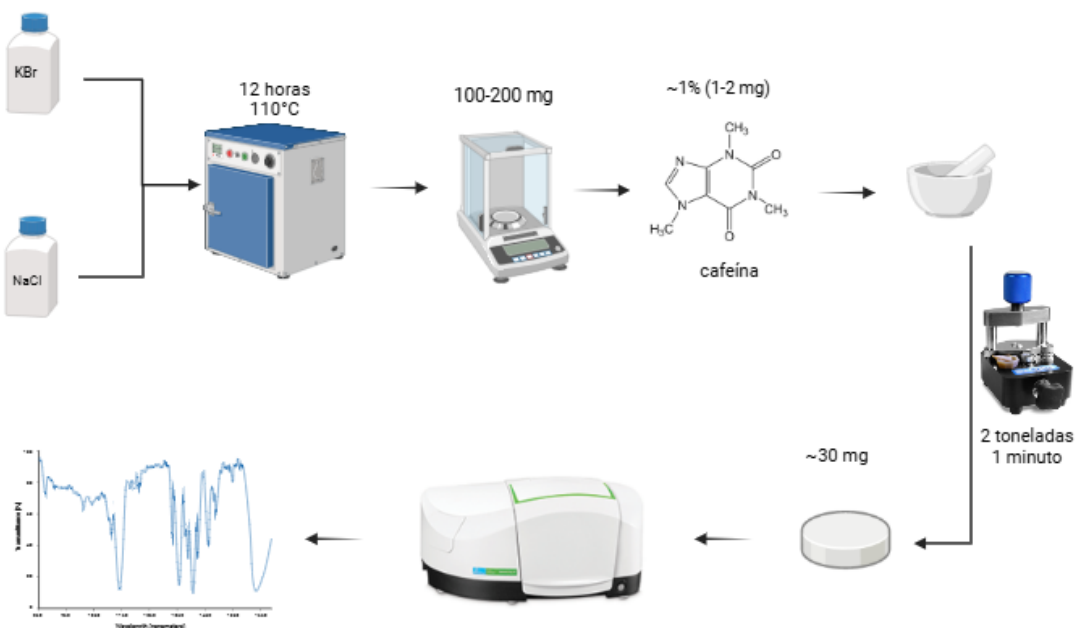


Fonte: elaborada pelo autor.

A metodologia utilizada está resumida no fluxograma (Figura 4) abaixo:



**Figura 4. Fluxograma de preparo e análise no FTIR das pastilhas de KBr e NaCl contendo o analito de cafeína**



Fonte: elaborada pelo autor.

### 3.3 Tratamento dos espectros e análise dos dados

Após análise no espectrômetro de infravermelho, os dados foram tratados no software *OriginPro 8.5* para obtenção dos espectros e análise estatística das médias dos resultados.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Análise do comportamento da secagem nas matrizes puras

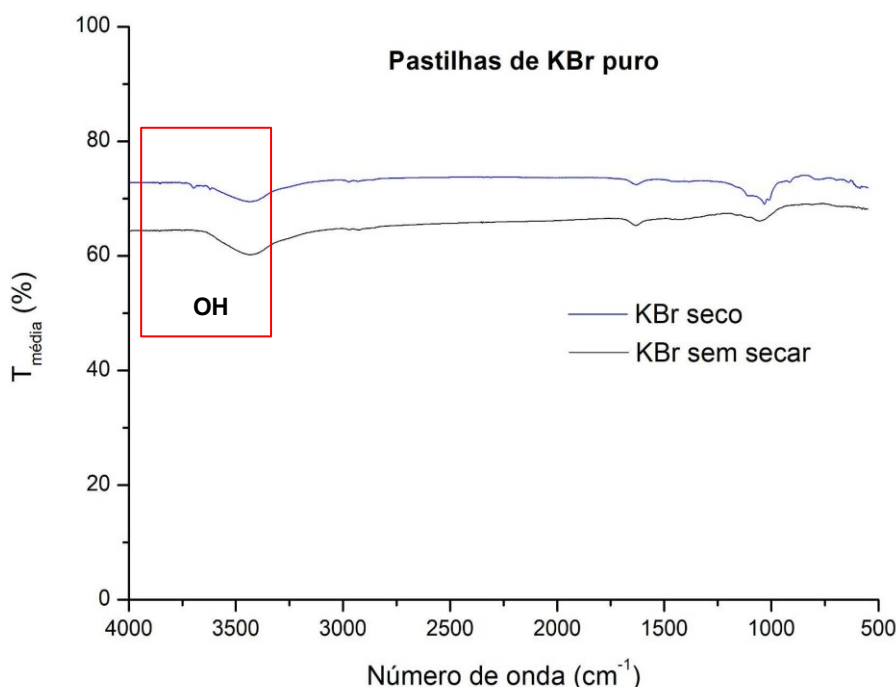
A espectroscopia no infravermelho produz espectros de absorção ou transmissão pela incidência de um feixe de luz na região do infravermelho sobre uma substância. Nesta técnica, a matéria sofre interação com a radiação infravermelha permitindo vibração em determinados comprimentos de onda (ou frequências) que são característicos e utilizados para a identificação de grupos funcionais de moléculas devido às suas ligações químicas presentes (i.e. ligações simples, duplas, hidroxilas, carbonilas, entre outros) (Pavia *et al.*, 2018). Muitos autores afirmam ainda que, um espectro é como uma “impressão digital” de um composto, visto que cada substância difere da outra devido a composição química com diferentes arranjos atômicos e geometria molecular (Pavia *et al.*, 2018; Oliveira, 2001).

Diante disso, para testar a hipótese em relação à substituição do sal de KBr por NaCl com fins didáticos, foi escolhido como analito o padrão de cafeína (1,3,7-trimetilxantina; anidra, grau cromatográfico) para análise qualitativa do espectro obtido com os dois sais. Além disso, testes de pastilhamento contendo somente os sais puros individuais, também foram conduzidos, com o objetivo de verificar a eficiência e a necessidade da secagem prévia dessas matrizes no preparo das amostras sólidas.

A análise da pastilha de KBr puro (sem analito) foi conduzida antes e após a secagem na estufa ( $110^{\circ}\text{C}$ , *overnight*) e em triplicata. Para representação gráfica do espectro, foi realizada a média das transmitâncias em cada número de onda varrido e o espectro médio da pastilha pura foi tratada. A Figura 5 mostra o espectro médio de FTIR das triplicatas realizadas com a pastilha de KBr pura, antes e após a retirada da umidade.

É possível notar que, na análise da pastilha sem secagem prévia, pôde ser observada, na região característica do estiramento de ligações OH da água ( $3599\text{--}3098\text{ cm}^{-1}$ ), uma banda de baixa intensidade. Essa mesma região, na análise da pastilha após a secagem, apresenta uma banda de menor intensidade, indicando a perda da água. A transmitância da região característica da água foi da ordem de 3% contra 6% observado no KBr sem secar. As absorções na faixa entre  $750$  e  $1750\text{ cm}^{-1}$ , que foram mais evidentes pós-secagem, podem ser explicadas como sendo uma segunda absorção da molécula da água em  $1500\text{ cm}^{-1}$ . A presença da banda em  $\sim 1000\text{ cm}^{-1}$  é característica de grupo funcional álcool, resultado provável da utilização de isopropanol para limpeza dos componentes entre análises. Adicionalmente, foi possível notar uma das bandas características do  $\text{CO}_2$  próximo a  $500\text{ cm}^{-1}$ , provavelmente devido à contaminação do ar ambiente.

**Figura 5. Espectro vibracional na região do infravermelho médio para a pastilha de KBr contendo umidade (antes da secagem) e após secagem com destaque na região característica do estiramento de ligações OH da água. A transmitância apresentada é a média das triplicatas realizadas**



Fonte: elaborada pelo autor.

Analisando os resultados obtidos para o NaCl, é possível notar na Figura 6 que, na região característica do estiramento de ligações OH da água ( $3599\text{--}3098\text{ cm}^{-1}$ ), há uma banda mais intensa do que a observada nos resultados com o KBr. Essa mesma região, na análise da pastilha após secagem, apresenta uma banda pouco menor, não tão aparente quanto no KBr.





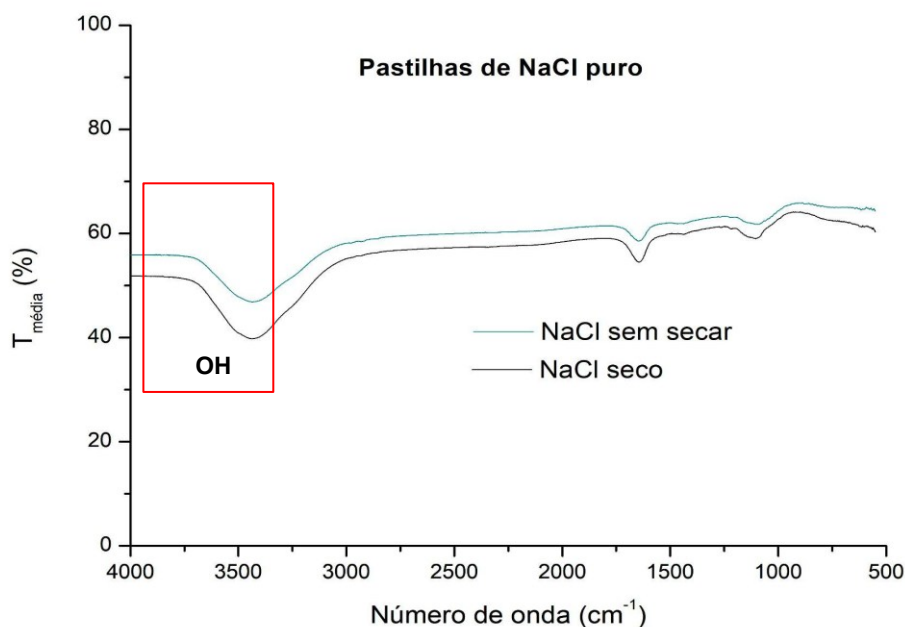
O primeiro teste foi realizado com o sal com secagem *overnight* a 110°C, assim como foi feito para o KBr. Entretanto, o aparecimento da banda na região citada para ligações OH da água mais intensa resultou na decisão de secar novamente o sal em temperatura mais elevada (150°C) pelo mesmo período.

Todavia, a Figura 6 mostra que mesmo deixando o sal a 150°C *overnight* na estufa, seu sinal de umidade persistiu. O NaCl, como já dito anteriormente, é higroscópico, ou seja, absorve facilmente água do ambiente, formando uma fina camada de hidratação em sua superfície e a persistência dessa umidade nas pastilhas compromete a precisão das análises por FT-IR. Esse resultado corrobora com estudos do KBr feitos por Borka (1975). Segundo o autor, essa absorção de água pode estar diretamente relacionada tanto ao método, quanto à duração da moagem no almofariz. Esse trabalho demonstrou ainda, através de espectros, a diferença de porcentagem de transmitância em relação a banda característica da ligação OH e que a re-exposição do KBr seco ao ar ambiente do laboratório por 24 horas resultou em um aumento de massa de 0,08% no KBr. Ele chamou essa higroscopicidade de “umidade normal”. Adicionalmente, as mesmas absorções observadas na faixa entre 750 e 1750 cm<sup>-1</sup> para a pastilha de KBr, foram encontradas para o NaCl (Figura 7).

Apesar dessa higroscopicidade ser considerada normal, podem ser adotadas estratégias para minimizá-las. Aumentar a temperatura de secagem pode ser uma alternativa, desde que não degrade os reagentes. O NaCl pode ser seco a temperaturas controladas superiores a 150°C. Utilizar estufas a vácuo também pode ser uma forma eficaz de diminuir a umidade. Pode-se ainda, após secagem, utilizar dessecadores mais eficientes que além da sílica gel, utilizam pentóxido de fósforo anidro (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) ou cloreto de cálcio (CaCl<sub>2</sub>) anidro como secante. Por último, evitar a exposição prolongada ao ar úmido antes e durante o preparo da pastilha, melhorando a agilidade do processo. Nesse caso, realizar o pastilhamento em atmosfera controlada, como em uma glove box com ar seco ou gás inerte também pode ser uma opção.

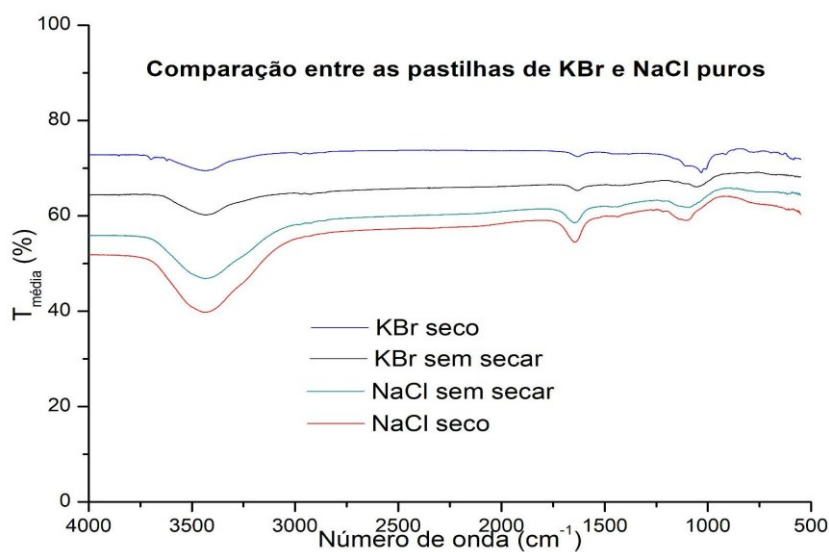


**Figura 6.** Espectro vibracional na região do infravermelho médio para a pastilha de NaCl antes da retirada da umidade (antes da secagem) e após secagem com destaque na região característica do estiramento de ligações OH da água. A transmitância apresentada é a média das triplicatas realizadas.



Fonte: elaborada pelo autor.

**Figura 7.** Comparação entre espectros vibracionais na região do infravermelho médio para as pastilhas de KBr e NaCl antes e após a secagem. A transmitância apresentada é a média das triplicatas realizadas.



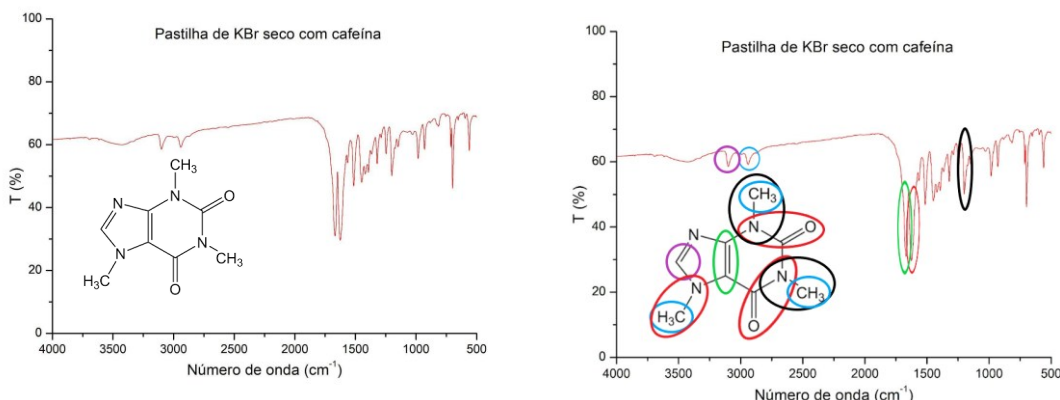
Fonte: elaborada pelo autor.

#### 4.2 Análise das matrizes com adição de um analito

Para testar o cloreto de sódio como matriz em uma análise de FT-IR, incorporou-se durante o pastilhamento um padrão de cafeína com massa conhecida. A fim de que somente o tipo de sal fosse uma variável no experimento, o padrão de cafeína foi adicionado às pastilhas com os sais secos individualmente e na mesma proporção (cerca de 1% m/m). Além disso, o pastilhamento e a análise com o analito foram conduzidos em triplicata para ambos os sais.

Com o KBr, foram gerados os espectros apresentados na Figura 8, nos quais é possível observar que o espectro para cafeína apresenta o padrão típico para essa substância, com bandas em suas regiões características das ligações químicas (NIST, c2023). Esta substância pertence ao grupo dos alcalóides, que são aminas formadas por anéis heterocíclicos que contêm nitrogênio (Pavia et al., 2018). As bandas de caracterização da cafeína podem ser observadas na Figura 8, à esquerda.

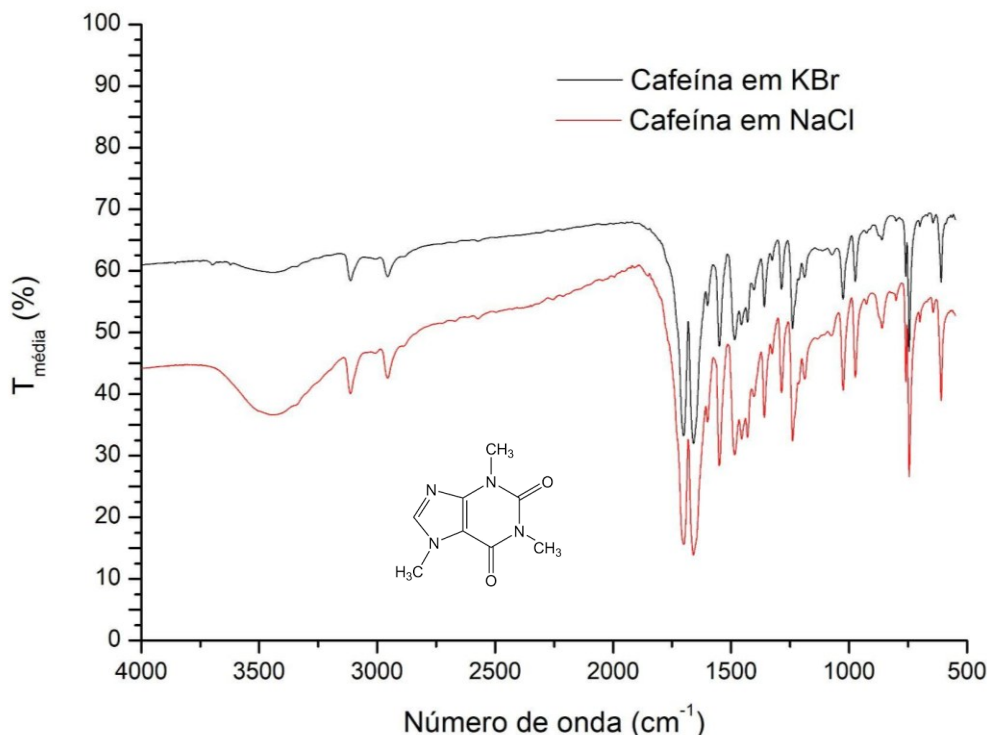
**Figura 8. A esquerda, espectro no infravermelho do padrão cafeína e à direita, suas bandas características identificadas**



Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 9 abaixo mostra a comparação entre os espectros vibracionais obtidos na região do infravermelho do analito de cafeína nas pastilhas de KBr e NaCl. Nela, é possível observar que a transmitância do NaCl foi afetada. Isso ocorreu devido à opacidade das pastilhas (mostrada na Figura 10). Apesar de terem sido preparadas com a mesma técnica e com a menor variação de massa possível, elas não ficaram tão transparentes quanto as pastilhas feitas com KBr em nenhum dos testes, como pôde ser observado nas Figuras 2 e 3 da seção da metodologia e na Figura 10 abaixo.

**Figura 9.** Comparação entre espectros vibracionais na região do infravermelho médio para as pastilhas de KBr e NaCl contendo a amostra de cafeína. A transmitância apresentada é a média das triplicatas realizadas.

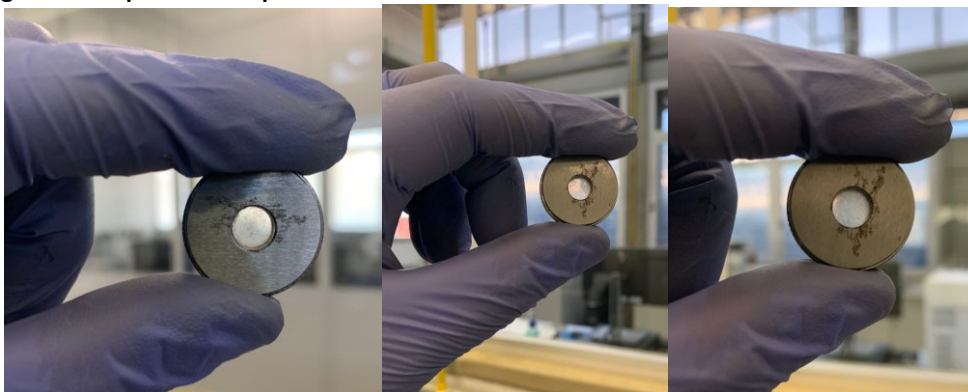


Fonte: elaborada pelo autor.

Essas diferenças estão relacionadas às propriedades ópticas e estruturais desses sais ou ainda associada a fatores como índice de refração, higroscopicidade, espessura da pastilha e qualidade do preparo. Adicionalmente, o KBr apresenta maior transmitância na região do infravermelho médio se comparado ao NaCl.

Como visto na Figura 9, a média das três medições (triplicatas) para as pastilhas de KBr e NaCl confirmou a presença das mesmas bandas no espectro. Apesar de o NaCl apresentar uma menor porcentagem de transmitância, os espectros são extremamente semelhantes, o que permite a análise qualitativa da cafeína. A identificação foi possível graças às bandas características localizadas na região de impressão digital, que se estende de aproximadamente 1500  $\text{cm}^{-1}$  a 400  $\text{cm}^{-1}$ . Um ponto importante é que a maior absorção de umidade do NaCl, que aparece como uma banda mais intensa na região da ligação OH, não prejudicou a identificação da cafeína. Isso ocorre porque a banda de absorção da água está em uma região de número de ondas diferente daquelas usadas para caracterizar o analito.

**Figura 10. Triplicatas dos pastilhamentos de amostra de cafeína em NaCl com cafeína**



Fonte: acervo próprio

Os resultados apresentados reforçam o objetivo principal do uso dessa técnica em uma aula de química instrumental. Além de familiarizar os alunos com o equipamento, com a técnica de pastilhamento e os procedimentos de operação na prática, o treinamento em aula também visa desenvolver habilidades metódicas de atenção aos detalhes e organização. Tais competências são de grande importância para a indústria, especialmente no setor analítico, que busca continuamente mitigar erros técnicos para assegurar a máxima qualidade dos resultados.

Ao final, a utilização de um reagente mais econômico como o NaCl, que se mostrou igualmente eficaz para a análise se destaca como uma vantagem significativa. Essa escolha permite que mais alunos tenham a oportunidade de participar ativamente adquirindo não apenas o conhecimento técnico, mas também as habilidades essenciais que a indústria analítica tanto valoriza.

## **5 CONCLUSÃO**

Após o processo de preparo, as pastilhas feitas com NaCl apresentaram uma boa aparência física, muito similar às aquelas produzidas com KBr. A diferença notável foi a maior opacidade da pastilha de NaCl, o que pode ser atribuído à sua alta higroscopicidade. Porém, as análises dos espectros, contendo o analito, comprovaram que as variações entre as pastilhas não prejudicaram o resultado obtido, mostrando sua viabilidade para fins educacionais. O uso de estufa a 150°C por um período prolongado, seguido de armazenamento em dessecador com sílica gel, pode minimizar a interferência da umidade. Além disso, a rápida execução do pastilhamento após a retirada do sal do dessecador é crucial. Como sugestão para um trabalho futuro, fica a possibilidade de quantificação das diferenças observadas e a aplicação de uma análise estatística mais aprofundada para verificar se há diferença significativa entre os resultados. Embora a técnica de FT-IR não seja a mais eficiente para análises quantitativas, a matriz de NaCl demonstrou resultados muito promissores para a análise qualitativa, validando seu uso neste experimento.

Considerando que a troca do KBr pelo NaCl é uma alternativa de baixo custo, ideal para aulas, este trabalho valida a sua utilização como uma valiosa ferramenta de aprendizado. O uso do cloreto de sódio permite que os alunos pratiquem a técnica de pastilhamento, façam a análise instrumental e a identificação de compostos orgânicos. Por isso, encorajamos professores e instrutores a adotarem o procedimento aqui desenvolvido.



## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, J. B. *et al.* Determinação de cafeína em bebidas através de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). **Química Nova**, v. 18, n. 4, p. 379-381, 1995.
- BARROS, D. N. *et al.* **Desenvolvimento de metodologia para determinação de cafeína por FTIR em blends de café**. In: Tecnologia de alimentos: tópicos físicos, químicos e biológicos, v. 3. Editora Científica Digital, 2020. p. 170-183.
- BERTHOMIEU, C.; HIENERWADEL, R. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. **Photosynthesis Research**, v. 101, p. 157-170, 2009.
- BORKA, L. Hygroscopic properties of potassium bromide in infrared spectrophotometry. **Analytical Chemistry**, v. 47, n. 7, p. 1212-1213, 1975.
- CASTRO, J. *et al.* Treinamento, avaliação e melhoria de aulas práticas de análise instrumental em potenciometria. In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 37., 2014, Natal. **Anais [...]** Natal: SBQ, 2014.
- CIENFUEGOS, F.; VAITSMAN, D. S. **Análise instrumental**. Rio de Janeiro: Interciência, 2000.
- LEITE, D. O.; PRADO, R. J. Espectroscopia no infravermelho: uma apresentação para o Ensino Médio. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 34, p. 2504, 2012.
- MARQUES, M. O uso de diferentes estratégias em aulas de química para o ensino superior. **Revista Internacional de Educação Superior**, v. 7, n. 1, p. 35, 2021.
- MOLVIEW. **MolView – Online Molecular Editor and Visualizer**. 2025. Disponível em: <https://molview.org/>. Acesso em: 8 ago. 2024.
- NASCIMENTO, K. L. A. **Avaliação da técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de fourier como ferramenta de classificação de óleos vegetais comestíveis e adulteração do óleo de linhaça**. 2016. Tese (Doutorado em Química) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.
- NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST). **Caffeine – NIST Chemistry WebBook**. 2025. Disponível em: <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C58082&Mask=80>. Acesso em: 8 ago. 2024.
- OLIVEIRA, I. P. **Estudo da degradação térmica de misturas dos óleos da macaúba (Acrocomia aculeata) por espectroscopia molecular**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.
- PAVIA, D. L. *et al.* **Introdução à espectroscopia**. 2. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2018.





POSTIGO, J. P. *et al.* Uma proposta para o ensino de laboratório de química analítica qualitativa. **Química Nova**, v. 44, n. 4, p. 502-511, 2021.

RAMÍREZ-HERNÁNDEZ, A.; AGUILAR-FLORES, C.; APARICIO-SAGUILÁN, A. Fingerprint analysis of FTIR spectra of polymers containing vinyl acetate. **Dyna**, v. 86, n. 209, p. 198-205, 2019.

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL. Departamento Regional de São Paulo. **Plano de Curso da habilitação Técnico em Química, Eixo Tecnológico: Controle e Processos Industriais**. SENAI-SP, 2022. p. 74.

SKOOG, D. A. *et al.* **Fundamentos de Química Analítica**. São Paulo: Pioneira Thomson Learning, 2006.

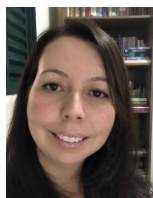
### **AGRADECIMENTOS**

Agradecemos à Escola SENAI Ricardo Figueiredo Terra em Paulínia (SP) pela valiosa oportunidade de utilizar seus espaços e laboratórios para o desenvolvimento desta pesquisa. O suporte oferecido, aliado à infraestrutura de qualidade, foi essencial para a realização do nosso trabalho, proporcionando um ambiente propício para a aprendizagem e o avanço do conhecimento.

### **Sobre os (as) Autores(as):**

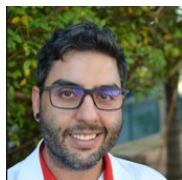
---

#### **<sup>i</sup> Camila Ortulan Pereira**



Doutora em Ciências pela USP e pós-graduada em Análise Instrumental Avançada pela Faculdade SENAI Mario Amato. Com sólida formação acadêmica em Química e Oceanografia, inclui experiência internacional no *Royal Netherlands Institute for Sea Research (NIOZ)*, na Holanda. Com mais de 8 anos de experiência docente em nível superior e técnico, é atualmente instrutora na área de química na Escola SENAI de Paulínia/SP. <https://orcid.org/0009-0005-4482-1104>

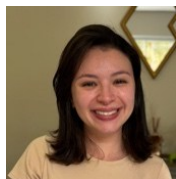
#### **<sup>ii</sup> Roniel Augusto de Souza**



Engenheiro Químico pela Universidade Metodista de Piracicaba, atualmente especialista em Análise Instrumental Avançada pela Faculdade SENAI Mario Amato. Com mestrado em biopolímeros e MBA em gestão de processos, possui experiência em Engenharia de Processos. Atua como instrutor na Escola SENAI Ricardo Figueiredo Terra, lecionando disciplinas de química, matemática e informática para diversos níveis. <https://orcid.org/0000-0002-0563-9968>

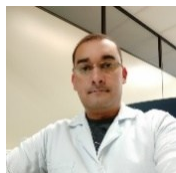


iii **Maria Isabel Melquiades**



Tecnóloga em Processos Químicos pela FATEC-Campinas e cursando pós-graduação em Análise Instrumental Avançada na Faculdade SENAI Mario Amato. Atua na área de análise de resíduos de defensivos agrícolas em matrizes vegetais destinados ao consumo humano e animal para fins de registro, no qual, esses estudos são conduzidos de acordo com as Boas Práticas de Laboratório (BPL). Atualmente é analista de laboratório na Bayer CropScience. <https://orcid.org/0009-0008-9423-783X>

iv **Thiago de Carvalho Cipriano**



Químico, Mestre e Doutor em Nanociência e Materiais Avançados pela UFABC. Síntese e nanoestruturação de materiais orgânicos para dispositivos como OFET, OLED e biossensores. Técnicas espectroscópicas, microscopia ótica e eletrônica, difração de raios -X, XPS, construção de filmes finos (layer-by-layer, Spin coating, CVD). Pós-doutorado no IQ/USP em novos materiais para supercapacitores e dispositivos de armazenamento de energia e no CTI Renato Archer em novos materiais para células fotovoltaicas de terceira geração com perovskitas. Atualmente é pesquisador no Instituto SENAI de Inovação em Materiais Avançados. <https://orcid.org/0000-0003-2742-7816>

