

AVALIAÇÃO DA APLICAÇÃO DO REAGENTE Me-BDB COMO INDICADOR ÁCIDO/BASE NAS AULAS PRÁTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA

Regina T. Yamaki, Ademir J. S. Júnior, Adenilde S. Passos, Aldenor G. Santos, Fabrício S. Brito, Gerônimo L. Lima, Joélia M. Barros, Herbert C. Damasceno, Hygor R. Oliveira, Roberta P. Matos, Romeu P. V. Neto, Vitor H. Miguez

Depto de Química e Exatas - UESB

45204-230 Jequié, BA

reginayamaki@terra.com.br

Resumo

Neste trabalho, o reagente Me-BDBD foi utilizado, por um grupo de alunos, como indicador ácido-base. Os resultados das titulações aplicando o Me-BDBD como indicador foram comparados com os resultados das titulações utilizando a fenolftaleína e também com titulações potenciométricas. Foram aplicados testes estatísticos para nível de confiança de 90%. O teste t indicou que não houve diferenças significativas entre os resultados obtidos por diferentes metodologias. Entretanto o teste F indicou que os resultados das titulações potenciométricas foram considerados mais precisos do que as volumétricas utilizando o Me-BDBD como indicador.

Palavras-chave: Tiazolilazo, volumetria, potencimetria, indicador ácido/base.

Abstract

In the present work the Me-BDBD reagent was applied as indicator in acid-base titration by a group of students. The results had been compared with titration carried out using phenolphthalein as indicator and also potentiometric titration. Statistical tests for a confidence level of 90% had been applied. Test t indicated that there were not statistically significant differences among the results, with good agreement for the different titration methods used. However, by test F the results of the potentiometric titration had been considered more precise of than the volumetric, when Me-BDBD is used as indicator.

Keywords: Thiazolylazo, volumetric, potentiometric, acid-base indicator

Introdução

A Química Analítica é uma área científica que desenvolve e aplica métodos, instrumentos e estratégias para obter informações sobre a composição de uma amostra por meio da análise química qualitativa e quantitativa. A análise química qualitativa compreende os ensaios que permitem ao químico identificar os elementos presentes e, eventualmente, também, seu estado de combinação em uma amostra. Já a análise química quantitativa corresponde à determinação das quantidades dos componentes na amostra que podem ser analisadas por várias técnicas e metodologias diferentes (Harris, 1999).

Um método clássico de análise química quantitativa é a volumetria, que vem sendo aplicada há mais de 200 anos. O primeiro trabalho que descreve a volumetria ácido-base foi publicado em 1756. (*apud* Terra e Rossi, 2005). A volumetria fundamenta-se na determinação da concentração de uma espécie de interesse em uma amostra, a partir da dosagem do volume de uma solução de concentração

conhecida com exatidão, necessária para reagir quantitativamente com esta amostra em solução (Skoog et. al., 1997).

Com o avanço da tecnologia e o desenvolvimento de novos equipamentos com técnicas instrumentais de detecção com maior simplicidade, seletividade e sensibilidade, os métodos clássicos de análise passaram a ser menos utilizados, porém a volumetria, por ser um método rápido e simples, ainda é relativamente utilizada nas análises de rotina, principalmente nas indústrias de medicamentos.

O desenvolvimento da volumetria contribuiu com muitos conceitos químicos, principalmente a teoria dos indicadores, sendo considerado ainda um método relevante para ser abordado nos dias atuais no aprendizado de Química (Terra e Rossi, 2005).

Em uma aula com enfoque em volumetria ácido-base, podemos perceber vários momentos que promovem o processo ensino-aprendizagem como as trocas de idéias entre todos participantes, mostrando a possibilidade da construção do conhecimento químico (Schnetzler, 2000).

O processo de buscar novas alternativas para ensinar determinados conteúdos deve ser uma constante na vida do professor. Neste trabalho, um grupo de alunos da disciplina de Química Analítica testou a eficiência do ácido 6-[2'-(6'-metilbenzotiazolilazo)]-1,2-diidroxi-3,5-benzenodissulfônico (Me-BDBD) (Figura 1) como indicador, na titulação de um ácido forte com base forte. Foram realizadas titulações da solução de HCl com uma solução padronizada de NaOH, utilizando o Me-BDBD como indicador e estes resultados foram comparados com os resultados das titulações potenciométricas das mesmas soluções. O Me-BDBD apresenta propriedades para ser utilizado como indicador ácido-base, pois possui grupos cromóforos que são fortemente influenciados pelo grupamento ácido/básico, e de acordo com um estudo realizado recentemente, foram determinadas duas constante de ionização ácida (pK_a) correspondentes a pK_{a1} igual a 4,60 e pK_{a2} igual a 9,48 apresentando dois intervalos de viragem. O primeiro intervalo ocorre no meio ácido no pH entre 3,60 – 5,60, com mudança de cor de alaranjado para rosa, e o segundo intervalo de viragem ocorre no meio básico no pH entre 8,48 – 10,48, com a variação da cor de rosa para violeta (Yamaki et. al., 2009).

O reagente Me-BDBD foi primeiramente estudado por Lemos e colaboradores sendo aplicado em sistemas de pré-concentração de íons Cu(II) em fase sólida (Lemos et. al., 2006) e em ponto nuvem (Lemos et. al., 2007).

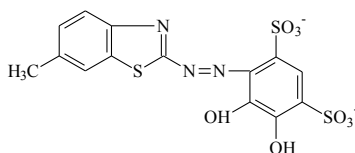


Figura 1. Estrutura do Me-BDBD

Parte Experimental

Reagentes e soluções

Todos os reagentes empregados no trabalho foram de grau e pureza analíticas e as soluções foram preparadas com água destilada e desionizada utilizando o desionizador Permution.

Síntese do ácido Me-BDBD

O ácido 6-[2'-(6'-metilbenzotiazolilazo)]-1,2-diidroxi-3,5-benzenodissulfônico foi sintetizado à temperatura entre 0-5°C sob constante agitação, dissolvendo-se o 2-amino-6-metilbenzotiazol em ácido fórmico e ácido clorídrico, com posterior gotejamento de uma mistura de nitrito de sódio, água e ácido

clorídrico. Adicionou-se ao sal de diazônio formado, o ácido 1,2-diidroxí-3,5-benzenodissulfônico dissolvido em uma solução de hidróxido de sódio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$. O sistema ficou em repouso a 4°C durante 12 horas. O precipitado formado foi filtrado e recristalizado em etanol. (Lemos et. al., 2006; Fan et. al., 1998).

Titulações de ácidos fortes com bases fortes

Volumetria

Aliquotas de 25,00 mL da solução de HCl foram tituladas com solução de NaOH $0,09854 \text{ mol L}^{-1}$, em presença de 10 gotas da solução do indicador Me-BDBD, na concentração igual a $1,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ em 50% de etanol. Cada aluno realizou uma titulação, totalizando onze repetições.

Foram realizadas também três titulações da solução de HCl utilizando a fenolftaleína como indicador.

Potenciometria

Titulações potenciométricas foram realizadas no Titrand 808 (Metrohm) utilizando eletrodo de vidro combinado com eletrodo de prata-cloreto de prata. Titularam-se alíquotas de 10,00 mL da solução de HCl com solução de NaOH $0,09854 \text{ mol L}^{-1}$. Foram realizadas cinco titulações.

Resultados e discussão

Caracterização do Me-BDBD

O rendimento obtido na síntese do reagente Me-BDBD foi de 90%. Na caracterização deste reagente foram utilizados os aparelhos de ponto de fusão da MICROQUÍMICA, modelo MQAPF- 302 e o espectrofotômetro FTIR PERKIN ELMER GX. O ponto de fusão encontrado foi igual a $237,1 - 238,2^\circ\text{C}$. O espectro no infravermelho do Me-BDBD apresentou bandas largas em 3.317 e 3.117 cm^{-1} referente ao estiramento do grupo O-H e das ligações C-H aromático. O alargamento dessas bandas indica presença de ligação de hidrogênio intramolecular. As bandas em $812 - 946 \text{ cm}^{-1}$ e 1.649 cm^{-1} comprovaram a presença dos grupos SO_3H e $-\text{N}=\text{N}-$, respectivamente (Kabay et. al., 2007).

Titulações volumétricas e potenciométricas

A Tabela 1 apresenta os resultados das titulações volumétricas utilizando como indicador o Me-BDBD ou a fenolftaleína e a Tabela 2 apresenta os resultados das titulações potenciométricas.

A Figura 2 apresenta a curva de titulação teórica traçada utilizando os valores das concentrações de NaOH igual a $0,09854 \text{ mol L}^{-1}$ e de HCl igual a $0,0767 \text{ mol L}^{-1}$. Observa-se na curva, que as duas faixas de viragens de pH onde ocorrem as mudanças das cores do indicador Me-BDBD, abrangem o volume de equivalência.

Os resultados não apresentaram diferenças significativas para o nível de confiança de 90 %, ao aplicar o teste t, comparando as médias da concentração da solução de HCl, obtidas por titulações diferentes, ou seja, o valor encontrado para a concentração da solução de HCl, utilizando o indicador Me-BDBD, apresentou exatidão quando se compara este valor com os resultados obtidos das titulações potenciométricas ou quando se utilizou a fenolftaleína como indicador.

Tabela 1. Volume gasto de NaOH ($0,09854 \text{ mol L}^{-1}$) nas titulações utilizando como indicadores Me-BDBD ou fenolftaleína e os valores da concentração da solução de HCl

Titulação ¹	Volume Gasto de NaOH (mL)	Concentração de HCl (mol L ⁻¹)
1	19,60	$7,725 \times 10^{-2}$
2	19,45	$7,664 \times 10^{-2}$
3	19,70	$7,764 \times 10^{-2}$
4	19,60	$7,725 \times 10^{-2}$
5	19,35	$7,626 \times 10^{-2}$
6	19,30	$7,607 \times 10^{-2}$
7	19,70	$7,764 \times 10^{-2}$
8	19,20	$7,568 \times 10^{-2}$
9	19,30	$7,607 \times 10^{-2}$
10	19,60	$7,725 \times 10^{-2}$
11	19,20	$7,568 \times 10^{-2}$
Média (N = 11)		$0,0767 \pm 0,0008$
12	19,30	$7,616 \times 10^{-2}$
13	19,40	$7,656 \times 10^{-2}$
14	19,45	$7,666 \times 10^{-2}$
Média (N = 13)		$0,0764 \pm 0,0003$

¹Titulações de 1 a 11 utilizaram o indicador Me-BDBD, e de 12 a 14 utilizaram a fenolftaleína

Tabela 2. Volume gasto de NaOH ($0,09854 \text{ mol L}^{-1}$) nas titulações por potenciometria e os valores da concentração da solução de HCl

Titulação	Volume Gasto de NaOH (mL)	Concentração de HCl (mol L ⁻¹)
1	7,6968	$7,584 \times 10^{-2}$
2	7,7282	$7,615 \times 10^{-2}$
3	7,7160	$7,603 \times 10^{-2}$
4	7,7253	$7,612 \times 10^{-2}$
5	7,7364	$7,623 \times 10^{-2}$
Média (N = 5)		$0,0761 \pm 0,0001$

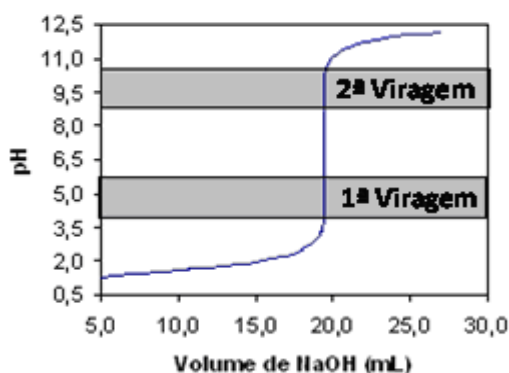


Figura 2. Curva de titulação teórica de 25,0 mL da solução de HCl na concentração igual $0,0767 \text{ mol L}^{-1}$ titulada com solução de NaOH na concentração igual $0,09854 \text{ mol L}^{-1}$. Faixas de viragem de cor do Me-BDBD, pH 3,60 – 5,60 (alaranjado para rosa) e 8,48 – 10,48 (rosa para violeta).

Os resultados não apresentaram diferenças significativas para o nível de confiança de 90 %, ao aplicar o teste t, comparando as médias da concentração da solução de HCl, obtidas por titulações diferentes, ou seja, o valor encontrado para a concentração da solução de HCl, utilizando o indicador Me-BDBD, apresentou exatidão quando se compara este valor com os resultados obtidos das titulações potenciométricas ou quando se utilizou a fenolftaleína como indicador.

Quanto à precisão, ao comparar os resultados obtidos nas titulações por volumetria utilizando os indicadores Me-BDBD e a fenolftaleína, o teste F indicou que não houve diferenças significativas para o nível de confiança de 90%. Porém, pelo teste F os resultados das titulações potenciométricas foram considerados mais precisos do que a volumetria, ao utilizar o Me-BDBD como indicador. Levando em consideração a falta de habilidade de alguns alunos na realização da titulação e que cada aluno fez uma única titulação utilizando o indicador Me-BDBD pela primeira vez, é aceitável que a precisão dos resultados obtidos pela volumetria não seja comparável aos resultados da potenciometria.

Conclusões

Foram obtidos resultados satisfatórios na aplicação do reagente Me-BDBD como indicador ácido-base, por operadores diferentes, demonstrando que este reagente pode ser utilizado nas titulações volumétricas ácido-base, sendo que a primeira viragem é mais fácil de ser detectada do que a segunda. Em relação à síntese deste reagente, o procedimento é relativamente fácil com alto rendimento.

Neste trabalho, além da volumetria ácido-base foram aplicados também a potenciometria e a estatística contribuindo para uma ampla abordagem no ensino de Química, possibilitando aos alunos agirem como investigadores ao tentar aplicar e avaliar o desempenho de um novo reagente como indicador ácido-base. Ao fazer uso desse novo reagente que não está presente nos livros convencionais de química, o aluno é convidado a agir como agente na construção do conhecimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FINEP, FAPESB ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências

- [1] Fan, X.; Zhangb, G.; Zhu, C. Synthesis of 2-[2-(5-methylbenzothiazolyl)azo]-5-dimethylaminobenzoic acid and its application to the spectrophotometric determination of nickel *Analyst*, 123 (1998) 109–112.
- [2] Harris, D. C.; *Análise Química Quantitativa*, 5ª ed., Livros Técnicos e Científicos, Editora S. A.: Rio de Janeiro, 1999.
- [3] Kabay, N.; Erdem, E.; Kiliçarslan, R.; Sari, E. Y. Synthesis and characterization of some o,o'-dihydroxyazo dyes and their metal complexes *Transition Metal Chemistry*, 32 (2007) 1068 – 1072.
- [4] Lemos, V. A.; Vieira, D. R.; Novaes, C. G.; Rocha, M. E.; Santos, M. S.; Yamaki, R. T.; Preconcentration Systems Using Polyurethane Foam/Me-BDBD for Determination of Copper in Food Samples *Microchimica Acta*, 153 (2006) 193–201.
- [5] Lemos, V. A.; Santos, M. S.; Santos, M. J. S.; Vieira, D. R.; Novaes, C. G. Determination of copper in water samples by atomic absorption spectrometry after cloud point extraction *Microchimica Acta*, v. 157 (2007) 215–222.

[6] Schnetzler, Roseli Pacheco O professor de Ciências : problemas e tendências de sua formação. In: Schnetzler R. P, Aragão, R. M. (Org.). *Ensino de Ciências: fundamentos e abordagens*. 1 ed. Campinas: R. Vieira, 12-41. 2000.

[7] Skoog, A. D.; West, D. M.; Holler, F. J.; *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 7ª ed., Saunders College Publishing: Orlando, 1997.

[8] Terra, J.; Rossi, A. V. Sobre o desenvolvimento da análise volumétrica e algumas aplicações atuais *Quimica Nova*, 28 (2005) 166-171.

[9] Yamaki, R. T; Vieira, D. R.; Novaes, C. G.; Oliveira, H. R.; Lemos, V. A.; Carvalho, S Aplicação de um corante tiazolilazo como indicador ácido-base e determinação das suas constantes de ionização ácida *Quimica Nova*, 32 (2009) 1943-1946.