



SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE

SYNTHESIS OF DISODIUM 2-CARBOXY-INDOPHENOL DYE AND VERIFICATION OF ITS ANALYTICAL PROPERTY OF ACID-BASE INDICATOR

SÍNTESIS DEL COLORANTE DISODIUM 2-CARBOXY-INDOPHENOL Y VERIFICACIÓN DE SU PROPIEDAD ANALÍTICA DEL INDICADOR ÁCIDO-BASE

Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira¹, Ana Júlia Bastos Madeira², Gabriel Penna Matias², Karolayne Naiara Oliveira Gomes², Letícia Rodrigues Lacerda²

e422797

<https://doi.org/10.47820/recima21.v4i2.2797>

PUBLICADO: 02/2023

RESUMO

Corantes são substâncias, quase sempre orgânicas, muito presentes em nossas vidas, e possuem a função de adicionar cor sem que o material de contato perca sua transparência, sendo largamente utilizados no campo industrial. O presente artigo versa sobre a replicação da síntese do corante 2-carboxi-indofenol dissódico através da condensação entre estruturas de fármacos, o Paracetamol e a Aspirina®, a qual foi conduzida por estudantes do ensino técnico de química de uma escola estadual do Médio-Piracicaba, MG. Contudo, foram propostas modificações ao processo de síntese e novos testes foram realizados para verificar a propriedade de indicador ácido-base do corante. Os resultados revelaram que o corante sintetizado possui propriedade analítica de sofrer protonação ou desprotonação dependendo do meio reacional, mudando de cor em meio ácido e retornando à sua cor original em meio alcalino. Porém, ele se mostrou pouco eficiente em soluções de ácidos diluídos. Observou-se, também, que ele se desestabiliza com facilidade e, por ser sintetizado em meio alcalino concentrado, estima-se que sua interação com outras soluções possa interferir em resultados de análises volumétricas, por exemplo, não sendo viável sua utilização em titulações. Contudo, novos estudos são necessários para melhor concluir sobre a viabilidade de sua utilização em análises quantitativas. A síntese realizada é importante, considerando que pode contribuir para elucidar dúvidas quanto à aplicação do corante produzido e oportunizar estudos promissores em síntese orgânica e química analítica a partir de princípios ativos farmacológicos.

PALAVRAS-CHAVE: Síntese orgânica. Azul de indofenol. Corante. Indicador ácido-base.

ABSTRACT

Dyes are substances, almost always organic, very present in our lives, and have the function of adding color without the contact material losing its transparency, being widely used in the industrial field. This article deals with the replication of disodium 2-carboxy-indophenol dye synthesis through condensation between drug structures, Paracetamol and Aspirin, which was conducted by technical® chemistry students from a state school in The Middle Of Piracicaba, MG. However, modifications to the synthesis process were proposed and new tests were performed to verify the property of acid-base indicator of the dye. The results revealed that the synthesized dye has analytical property of undergoing protonation or deprotonation depending on the reaction medium, changing color in acidic medium and returning to its original color in alkaline medium. However, it proved to be inefficient in dilute acid solutions. It was also observed that it destabilizes easily and, because it is synthesized in concentrated alkaline medium, it is estimated that its interaction with other solutions may interfere in the results of volumetric analyses, for example, and its use in titrations is not feasible. However, further studies are needed to better conclude on the feasibility of its use in quantitative analyses. The

¹ Mestre em Ciências da Educação com ênfase em Ensino de Química pela Universidade Martín Lutero. Especialista em Educação em Ciências pela Universidade Federal de Minas Gerais. Graduado em Química pela Universidade de Uberaba. Professor do ensino técnico na Escola Estadual Marinho Silva, Rio Piracicaba-MG.

² Estudante do 1º ano – Ensino Médio em Tempo Integral Profissional em Química da Escola Estadual Marinho Silva, Rio Piracicaba, MG.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

synthesis performed is important, considering that it can contribute to elucidate doubts regarding the application of the dye produced and provide opportunities for promising studies in organic synthesis and analytical chemistry based on pharmacological active principles.

KEYWORDS: *Organic synthesis. Indophenol blue. Dye. Acid-base indicator.*

RESUMEN

Los tintes son sustancias, casi siempre orgánicas, muy presentes en nuestras vidas, y tienen la función de añadir color sin que el material de contacto pierda su transparencia, siendo muy utilizados en el ámbito industrial. Este artículo trata sobre la replicación de la síntesis de colorante disódico 2-carboxi-indofenol a través de la condensación entre estructuras de fármacos, paracetamol y aspirina, que fue realizada por estudiantes de química técnica® de una escuela estatal en el medio de Piracicaba, MG. Sin embargo, se propusieron modificaciones al proceso de síntesis y se realizaron nuevas pruebas para verificar la propiedad del indicador ácido-base del colorante. Los resultados revelaron que el colorante sintetizado tiene la propiedad analítica de someterse a protonación o desprotonación dependiendo del medio de reacción, cambiando de color en medio ácido y volviendo a su color original en medio alcalino. Sin embargo, demostró ser ineficiente en soluciones ácidas diluidas. También se observó que se desestabiliza fácilmente y, debido a que se sintetiza en medio alcalino concentrado, se estima que su interacción con otras soluciones puede interferir en los resultados de los análisis volumétricos, por ejemplo, y su uso en valoraciones no es factible. Sin embargo, se necesitan más estudios para concluir mejor sobre la viabilidad de su uso en análisis cuantitativos. La síntesis realizada es importante, considerando que puede contribuir a dilucidar dudas sobre la aplicación del colorante producido y brindar oportunidades para estudios prometedores en síntesis orgánica y química analítica basada en principios activos farmacológicos.

PALABRAS CLAVE: *Síntesis orgánica. Azul de indofenol. Teñir. Indicador ácido-base.*

1 INTRODUÇÃO

A síntese orgânica é um ramo da química orgânica que, basicamente, parte de estruturas mais simples para obter outras estruturas de interesse, onde reações químicas controladas podem acontecer em uma ou mais etapas. Esse ramo caracterizou um marco significativo no desenvolvimento da química orgânica, e teve início a partir de um experimento conduzido por Friedrich Wöhler, em 1828, que sintetizou ureia (composto orgânico) a partir do aquecimento do cianato de amônio (composto inorgânico).

Dentre os infinitos compostos orgânicos que vêm sendo sintetizados ao longo das últimas décadas destacam-se os corantes que, de acordo Souza (2010, p. 16) “[...] até 1856 só eram obtidos de fontes naturais vegetais ou animais”. O autor ainda destacou outras importantes sínteses de corantes ao longo da história. O *Púrpura de Tiro* (hoje chamado de Mauveína) foi obtido acidentalmente por William Perkin, em 1856, na tentativa de sintetizar quinina (utilizada até hoje no tratamento da malária) por meio da oxidação de uma mistura de anilina e toluidinas do alcatrão de carvão com $K_2Cr_2O_7$. Em 1880, Johann Bayer conseguiu sintetizar o índigo (utilizado para tingir o *jeans azul*) a partir de *orto*-nitrobenzaldeído, acetona e hidróxido de sódio. Em 1893, o índigo também foi obtido por Karl Heumann, enquanto tentava produzi-lo a partir do aquecimento do naftaleno em meio sulfúrico. Acidentalmente, o cientista deixou um termômetro de mercúrio se



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

quebrar, e o metal entrou em contato com o meio reacional. Ao fim de uma série de etapas, ele obteve o corante índigo.

Corantes são substâncias muito presentes em nossas vidas modernas (ZIARANI et al., 2018) que quando aplicadas a um material lhe conferem cor. Quando se usa o pigmento numa tinta ele promove simultaneamente a cobertura, a opacidade, o tingimento e a cor; o corante só promove o tingimento, sem dar cobertura, ou seja, mantém a transparência do objeto tingido. Também, enquanto os pigmentos são insolúveis, os corantes são solúveis.

Os indofenóis (figura 1) são corantes orgânicos que podem apresentar coloração variando do verde claro ao azul intenso, e podem ser obtidos, por exemplo, pela ação de compostos fenólicos sobre derivados nitrogenados de quinonas. Neste artigo, é trazida uma rota de síntese simples para um derivado do indofenol azul (figura 2), o 2-carboxi-indofenol dissódico (figura 3), utilizando dois medicamentos facilmente encontrados em drogarias, Paracetamol e Aspirina®.

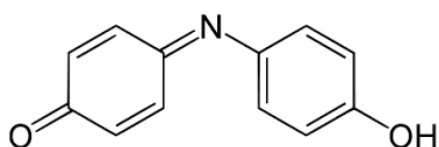


Figura 1 – Estrutura comum aos indofenóis (4-(4-hidroxifenil)-iminociclohexa-2,5-dien-1-ona).
Fonte: PubChem (2022).

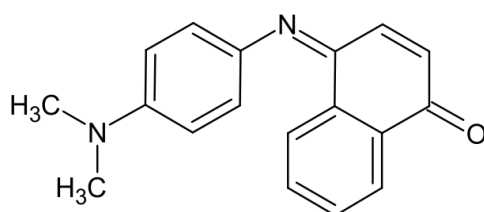


Figura 2 – Corante azul de indofenol (4-[4-(dimetilamino)-fenil]-iminonaftalen-1-ona)
Fonte: Shevchenko (2020).

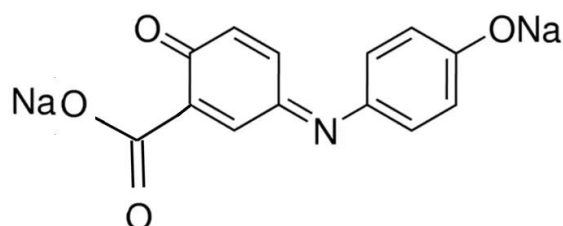


Figura 3 – Corante 2-carboxi-indofenol dissódico.
Fonte: Adaptado de Rabelo (2021); Bragança (2022).



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

Métodos de análise com indofenóis podem ser realizados, por exemplo, para a determinação de nitrogênio amoniacal em amostras de solo (PONTES *et al.*, 2004; REIS *et al.*, 2020). Alguns compostos de nitrogênio, além de colocarem em risco a qualidade do meio ambiente podem constituir risco também à saúde humana. Esses compostos podem ser encontrados em seus diferentes estados, mas os mais comuns são: o nitrogênio amoniacal, o nitrito e o nitrato. No entanto, a forma mais comum em que o nitrogênio é encontrado em efluentes oriundos de esgotos domésticos brutos, e que contaminam solos, é a de NH_3 (MENDES; PEDROZA, 2019).

Outra determinação possível por indofenóis é a de NH_2Cl em amostras de água, com base no monitoramento do azul de indofenol produzido, em meio alcalino, pela reação entre N-NH_4^+ , fenol e hipoclorito, na presença de íons nitroprussiato (BORGES; KORN, 2009), também conhecida como Método de Berthelot, uma vez que são tóxicas para o ser humano pois prejudicam a potabilidade da água, além de terem mal cheiro.

Este artigo trata da replicação da síntese de um derivado do azul de indofenol a partir de fármacos – Paracetamol e Aspirina[®] – realizada por estudantes do 1º ano do Ensino Médio em Tempo Integral Profissional em Química do município de Rio Piracicaba, interior de Minas Gerais, na disciplina de Química Orgânica. O interesse na replicação desta reação surgiu da observação do experimento em dois canais do YouTube[®], *O Nerd da Química* e *Química Integral*. Contudo, foram feitas adaptações às etapas da síntese e novos ensaios foram propostos, buscando confirmar a propriedade analítica do corante como indicador ácido-base.

2 MÉTODO

O presente artigo é fruto de uma pesquisa experimental de abordagem qualitativa, de natureza básica, com objetivos de cunho explicativo, embasada em procedimentos laboratoriais que correlacionam as áreas de química orgânica e química analítica, que foi fomentado pelo desejo dos estudantes em replicar uma reação de síntese orgânica vista em apenas dois canais do YouTube[®], *O Nerd da Química* e *Química Integral*. Não havendo estudos publicados em veículos científicos que tratassem de tal reação, os estudantes motivaram-se a repetir o experimento, controlando e implementando suas etapas. Para compor o referencial teórico foram utilizadas publicações científicas indexadas nas bases SciELO e PubChem, cujo critério de elegibilidade se deu pela leitura dos respectivos resumos. Também foram utilizados livros de química que tratassem de síntese orgânica, química orgânica e química analítica.

Procedimento Experimental

Em um mesmo almofariz seco, foram pulverizados, juntos, 01 comprimido de Paracetamol 500 mg (N-4-hidroxifeniletanamida) e 01 comprimido de Aspirina[®] 500 mg (ácido acetilsalicílico), até que estivessem pulverizados sob a forma de um pó fino. O pó dos comprimidos foi transferido para um béquer, ao qual foi adicionada água deionizada aquecida a 60° C. A mistura foi homogeneizada



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

com bastão de vidro por aproximadamente 30 segundos. Em seguida, foi adicionada uma pequena massa de NaOH, conforme indicado na tabela 1 – foram feitos quatro testes, onde foi utilizada uma quantidade de massa de NaOH diferente em cada um. A mistura foi homogeneizada continuamente com o bastão de vidro até o surgimento de uma cor azul clara (figura 4). O tempo até o surgimento da cor azul final foi cronometrado. Após o surgimento da cor azul intensa (figura 5), esperou-se cerca de 5 minutos para verificar se ela permaneceria estável, sem descorar. Etapa seguinte, procedeu-se à verificação da propriedade de indicador ácido-base do corante formado. Em um tubo de ensaio foram adicionados 5,0 mL do corante. Ao tubo foram adicionadas gotas de H_2SO_4 8 mol/L sob leve agitação e observou-se. Após, ao mesmo tubo, adicionou-se uma pequena porção de NaOH em escamas, sob leve agitação e observou-se (figura 6). Este primeiro teste foi feito em duplicata por cada estudante, totalizando oito testes. Dando continuidade aos ensaios, foram utilizados, também, HCl comercial e CH_3COOH PA, em diluição matricial. Buscando verificar o espectro de abrangência do corante na função de indicador, foram preparadas matrizes de diluição dos respectivos ácidos.

3 SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO

Buscando sintetizar com sucesso um derivado indofenol, o 2-carboxi-indofenol dissódico, inicialmente foram pulverizados, juntos, 01 comprimido de Paracetamol 500 mg e 01 comprimido de Aspirina® 500 mg até que fosse obtido um pó fino, que foi posteriormente transferido para um béquer de 100 mL, limpo e seco. A pulverização é um processo físico que permite a obtenção de micropartículas (FELTRE, 2004).

Rabelo (2021) e Bragança (2022) descrevem que a pulverização dos comprimidos deve ser feita separadamente. Foi feita a replicação desta etapa, que precede às reações de hidrólise de ambos os comprimidos. Contudo, a etapa das hidrólises não foi bem sucedida, pois de ambos esperava-se obter soluções hidrolisadas incolores, mas foram obtidos líquidos de cor amarelada. Observou-se que, promovendo a pulverização e posteriores etapas com ambos os comprimidos, juntos, os resultados foram satisfatórios.

A metodologia trazida por Bragança (2022) utiliza $\frac{1}{2}$ comprimido de Paracetamol 750 mg e 05 comprimidos de Aspirina® 100 mg, onde a Aspirina® deve estar em excesso estequiométrico para melhores resultados. Rabelo (2021), por outro lado, utilizou na síntese do mesmo corante apenas 01 comprimido de cada fármaco, com as mesmas massas que Bragança (2022). Neste artigo, apresentou-se a metodologia de síntese utilizando apenas 01 comprimido de cada, ambos de 500 mg, e constatou-se a ocorrência da mesma reação.

A adição de solução concentrada de NaOH, em temperatura ambiente, diretamente ao pó pulverizado e, posterior aquecimento, permite a hidrólise alcalina dos princípios ativos (reações 1 e 2), cujos produtos podem ser misturados para obtenção de uma coloração semelhante à da figura 4 (RABELO, 2021; BRAGANÇA, 2022).



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

Contudo, neste estudo foi proposta a utilização de água aquecida, uma vez que se constatou que temperaturas mais elevadas provocam a projeção do conteúdo do béquer devido à dissolução exotérmica do NaOH e, em temperaturas mais baixas, a reação é muito lenta e o produto se desestabiliza com maior velocidade. Portanto, ambos os comprimidos pulverizados foram dissolvidos em água quente a 60° C e, posteriormente, adicionaram-se escamas de NaOH previamente “pesadas”, conforme tabela 1, na balança analítica.

Etapa seguinte, foi adicionado um volume de água deionizada pré-aquecida em banho-maria (tabela 1). Para cada teste realizado optou-se por utilizar um volume diferente de água, conforme descrito na mesma tabela, buscando verificar se a quantidade de solvente influenciaria no procedimento. Observou-se que nas sínteses onde o volume de água quente foi menor a reação foi mais rápida. Contudo, a velocidade de agitação também interferiu nos resultados.

Tabela 1 – Dados relacionados aos testes na etapa de síntese.

	Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4
Volume H ₂ O a 60° C (mL)	50,0	60,0	40,0	55,0
Massa NaOH (g)	1,090	1,530	1,000	1,291
Tempo de homogeneização até a cor azul intensa (min)	19	20	17	19

Fonte: Elaboração dos autores.

Quanto à adição de NaOH, Rabelo (2021) e Bragança (2022) recomendaram a menor quantidade possível. Contudo, como demonstrado na tabela 1, diferentes massas também promovem a reação, mas não foi possível precisar uma massa ideal. Em um teste anterior, a reação não aconteceu com massas inferiores a 0,900 g de NaOH. Com base nos ensaios, o teste 2 foi o que manteve o maior tempo estabilidade de cor e atividade química após o fim da reação, mesmo em temperatura ambiente. Portanto, entendeu-se que a manipulação de massas e volumes deve ser proporcional, ou seja, maior volume, maior massa e vice-versa.

A hidrólise é a reação onde ocorre a quebra de estruturas químicas pela ação da água. Neste caso, a solução ainda incolor de comprimidos pulverizados e água quente, representa essa reação. À medida que o oxigênio do ar vai reagindo com a solução incolor, uma reação de oxidação (reação 3) é responsável pelo surgimento de uma leve coloração azul. Na hidrólise do Paracetamol os produtos são p-aminofenol e acetato de sódio. Na hidrólise da Aspirina[®] os produtos são salicilato de sódio, acetato de sódio e água.

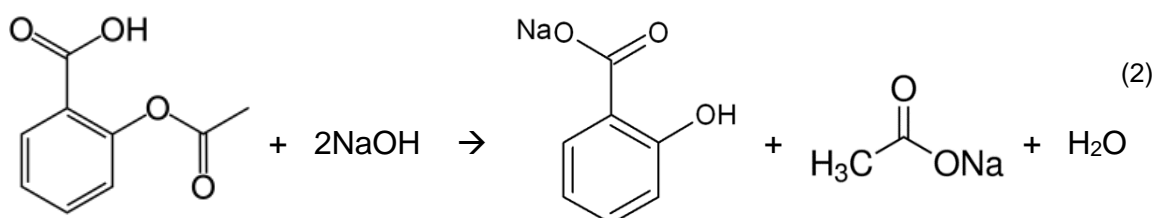
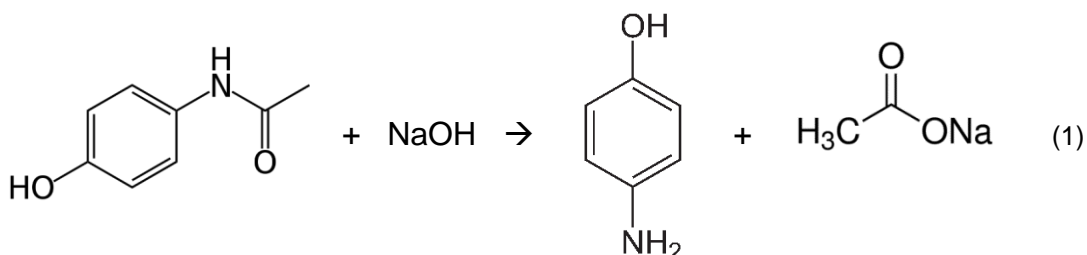


RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

Reação 1 – Hidrólise alcalina do Paracetamol (N-(4-hidroxifeniletanamida)

Reação 2 – Hidrólise alcalina da Aspirina® (Ácido acetilsalicílico)



Fonte: Adaptado de Rabelo (2021); Bragança (2022).

As reações 1 e 2 ilustram os produtos obtidos nas sínteses feitas segundo a metodologia de Rabelo (2021) e Bragança (2022). Na proposta dessa nova rota de síntese, as hidrólises acontecem quase que simultaneamente à oxidação dos produtos principais obtidos, Portanto, o ponto final da hidrólise é marcado pela alcalinização do meio reacional.

Figura 4 – Etapa de oxidação.



Fonte: Os autores.

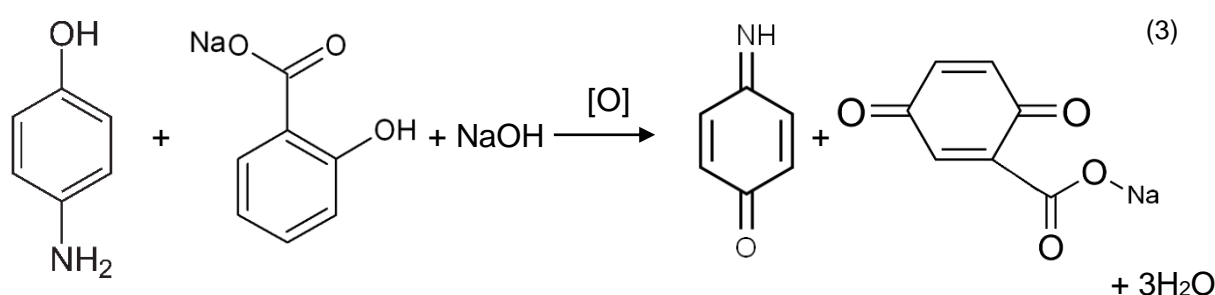


RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

Na etapa de oxidação, o p-aminofenol se oxida à p-benzoquinonaimina ao passo que o salicilato de sódio se oxida à benzoquinonacarboxilato de sódio, liberando água para o meio. Em seu experimento, Bragança (2022), durante essa fase, percebeu que uma coloração amarelo-pálida começou a se formar, indicando a presença de moléculas de benzoquinona (ciclohex-2,5-dieno-1,4-diona), indesejáveis à reação.

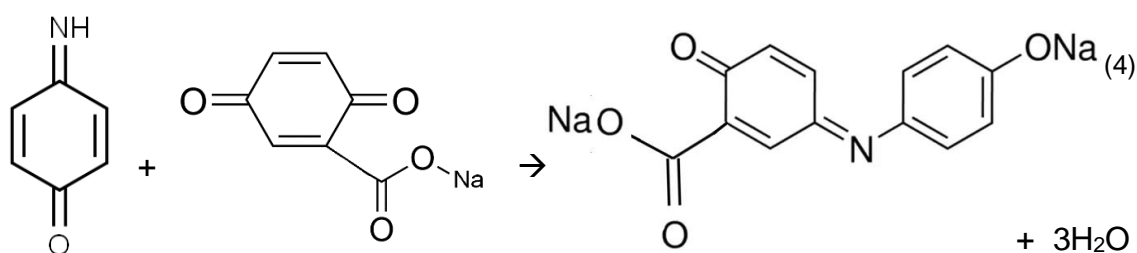
Reação 3 – Oxidação do p-aminofenol e do salicilato de sódio.



Fonte: Adaptado de Rabelo (2021); Bragança (2022).

Quando não se formam benzoquinonas, após a oxidação da solução, começa a surgir uma forte coloração azul (figura 5), indicando a reação de condensação entre as estruturas formadas, permitindo obter o composto 2-carboxi-indofenol dissódico (reação 4).

Reação 4 – Formação do 2-carboxi-indofenol dissódico.



Fonte: Adaptado de Rabelo (2021); Bragança (2022).



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

Figura 5 – Etapa de condensação.



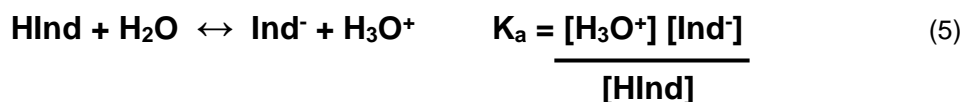
Fonte: Os autores.

Foi medido o pH da solução ao fim da reação, utilizando fita indicadora universal. O valor determinado foi 14. Contudo, entende-se que a fita possui função meramente qualitativa, indicando valores próximos aos reais. O ideal seria realizar a medição utilizando pHmetro.

5 VERIFICAÇÃO DA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE

Indicadores de pH são ácidos ou bases orgânicas fracas, que podem sofrer dissociação ou associação, estabelecendo uma relação de equilíbrio químico que provoca mudança de cor em função do meio (propriedade halocrômica). Esse equilíbrio acontece em regime de par conjugado ácido-base, conforme a reação genérica 5.

Reação 5 – Equilíbrio químico e constante de equilíbrio de um indicador.



Fonte: Os autores.

Etapa posterior à síntese, foram feitos testes para verificar a propriedade de indicador ácido-base do 2-carboxi-indofenol dissódico. No segundo teste, (figura 7) foram colocados 5,0 mL de H_2SO_4 8 mol/L e gotas do corante sintetizado em cada tubo (tabela 2). Em meio ácido o corante assume uma coloração que varia do salmão ao alaranjado (forma reduzida). Ao adicionar-se uma

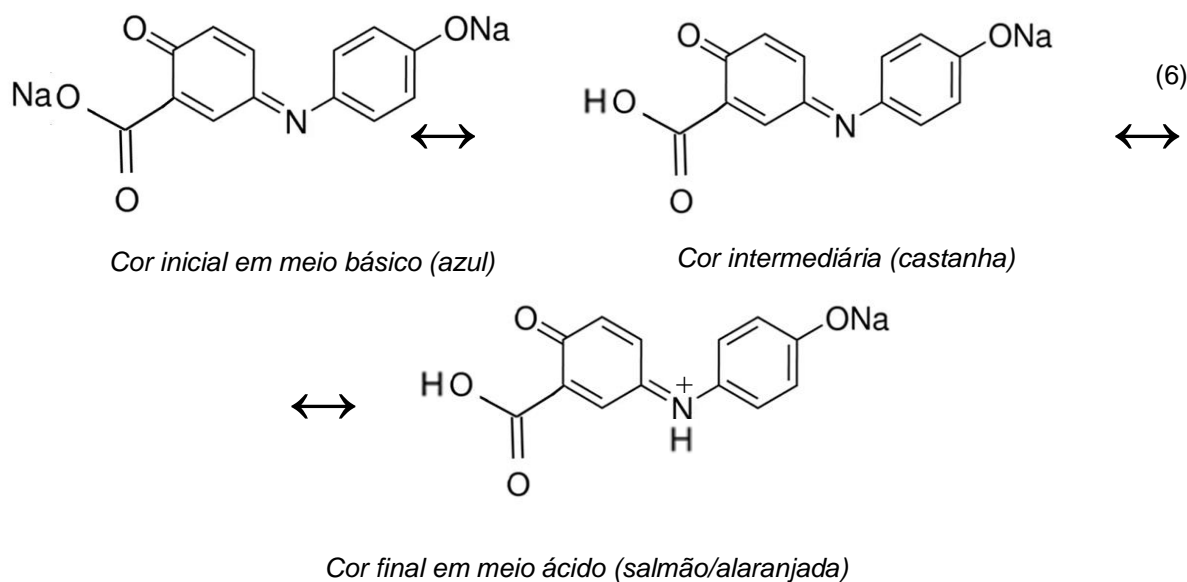
pequena porção de NaOH de volta aos tubos, o corante retoma sua coloração azul (forma oxidada) (reação 6)

Figura 6 – Teste 2-carboxi-indofenol dissódico com H_2SO_4 .



Fonte: Os autores.

Reação 6 – Reação de mudança cor do 2-carboxi-indofenol dissódico.



Fonte: Adaptado de Bragança (2021).



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

Dando sequência aos testes, buscando verificar o comportamento do corante com outros ácidos, foram utilizados HCl 33% e CH₃COOH PA. A tabela 2 mostra a quantidade de corante, em gotas, necessária para que cada ácido pudesse assumir a coloração alaranjada.

Tabela 2 – Quantidade (em gotas) de corante adicionado às amostras de ácidos.

	Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4
HCl	20	25	24	20
H ₂ SO ₄	18	15	16	13
CH ₃ COOH	20	15	16	15

Fonte: Elaboração dos autores.

Com base nos dados da tabela foi possível perceber que o número de gotas necessárias para a identificação dos ácidos foi grande. E, conseqüentemente, a quantidade de hidróxido necessária para retornar à forma azul desprotonada foi proporcional. Isso é um ponto negativo para um indicador, o qual cinco gotas já deveriam ser o bastante para promover mudança de cor.

No entanto, ainda é viável sua utilização para fins qualitativos, para identificação de substâncias ácidas e básicas. Porém há algumas desvantagens, como o preparo demorado e o fato de que precisa ser preparado em grande quantidade dependendo do número de testes a serem feitos, visto que os volumes consumidos nos testes qualitativos têm se mostrado altos.

Momento seguinte, buscou-se testar a propriedade de indicador ácido-base em soluções diluídas dos mesmos ácidos. Foram montadas matrizes de diluição, conforme tabela 3, contendo 10 tubos para cada ácido a ser testado, totalizando 30 testes por estudante (figura 7).

Tabela 3 – Matriz de diluição para os ácidos (volumes em mL).

Tubo	Ácido	H ₂ O
1	4,5	0,5
2	4,0	1,0
3	3,5	1,5
4	3,0	2,0
5	2,5	2,5
6	2,0	3,0
7	1,5	3,5
8	1,0	4,0
9	0,5	4,5
10	0,0	5,0

Fonte: Elaboração dos autores.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

Figura 7 – Matrizes contendo apenas ácidos e água.

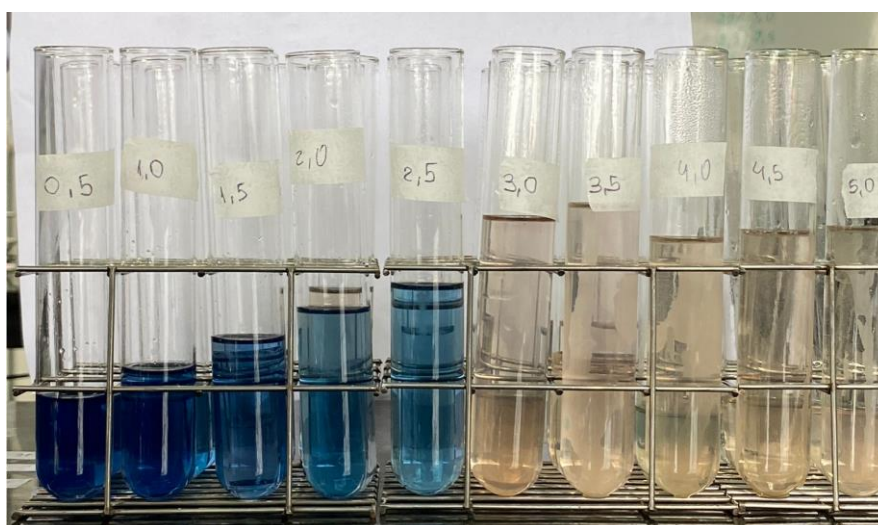


Fonte: Os autores.

Foram adicionados variados volumes do corante em cada tubo, como pode ser observado na figura 8, até que em cada um aparecesse uma coloração variando do salmão ao alaranjado. Os tubos ficaram com volumes disformes, pois cada um requereu uma quantidade grande de corante para que o efeito de mudança de cor fosse observado.

Com a adição posterior de NaOH a coloração azul retornou facilmente apenas em alguns tubos. Nos tubos mais diluídos a cor azul não foi observada com adição de escamas da base. Em um dos testes, nesta etapa, um dos estudantes utilizou solução concentrada de NaOH, mas também não obteve êxito, e os tubos quase transbordaram, mas a coloração da forma reduzida do corante foi persistente. Logo, os melhores resultados foram com soluções menos diluídas.

Figura 8 – Adição de corante às matrizes.



Fonte: Os autores.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Leticia Rodrigues Lacerda

Foi observado que, ao fim dos experimentos, três das réplicas dos corantes sintetizados foram descolorando mesmo sem contato com outras substâncias, assumindo uma coloração castanho-amarronzada (figura 9), cuja estrutura química foi apresentada na reação 6. Interpretou-se a mudança de coloração como instabilidade química, uma vez que houve mudança no estado de protonação sem influência de outras substâncias ou alterações do meio. Acredita-se que a massa utilizada de NaOH tenha relação com o descoloramento da solução.

Segundo Bragança (2022), o excesso da base de fato provoca a formação de compostos indesejados, mudando o curso da reação. Contudo, foi observado o contrário no teste 2, onde foram adicionados exatamente 1,530 g de NaOH (maior massa usada), e ele foi o único que manteve sua cor estável mesmo após o experimento ter sido finalizado.

Figura 9 – Descoloramento do corante.



Fonte: Os autores.

7 CONSIDERAÇÕES

Indicadores de pH são substâncias que necessitam de estabilidade química, sendo inertes quando não estão em meio reacional ácido ou básico. Geralmente são preparações alcoólicas, adicionadas em pequenas quantidades à substância a qual se deseja identificar, mediante mudança de cor.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

O 2-carboxi-indofenol dissódico é uma preparação alcalina, com NaOH concentrado (base inorgânica), que perde estabilidade rapidamente mesmo quando guardado ao abrigo da luz, e necessita de grande volume para que possa sofrer dissociação ou associação no meio reacional, revelando cor. Também mostrou-se pouco eficaz em soluções ácidas diluídas, sendo necessária grande quantidade para mudar de cor. Tais características tornam seu uso inviável como indicador ácido/base em soluções muito diluídas e, provavelmente em titulações, vista a possibilidade de reação com a solução-problema, gerando erros analíticos, além de aumentar o volume do titulado, prejudicando os cálculos de concentração.

Entende-se que mais estudos são necessários para maior complementariedade das informações acerca das propriedades analíticas do corante sintetizado, buscando verificar a viabilidade de sua utilização em métodos clássicos de análise volumétrica. Caso haja aplicabilidade para o corante em titulações, serão necessários ensaios mais criteriosos para investigar a faixa de abrangência dele, para que seja possível selecionar em quais determinações seu uso seria indicado na identificação do ponto final de reações. Não se descarta a possibilidade da aplicação do corante em análises instrumentais, não somente na investigação de características e propriedades intrínsecas dele, mas como coparticipativo analítico.

REFERÊNCIAS

ARAÚJO, C. R. M. *et al.* Acetilcolinesterase – AChE: uma enzima de interesse farmacológico. **Revista Virtual de Química**, v. 8, n. 6, p. 1818-1834, 2016.

BORGES, S. S.; KORN, M. Sistema multicomutado de análise em fluxo para determinação de amônio e monocloramina em águas residuais e produtos de desinfecção. **Revista Química Nova**, v. 32, n. 5, p. 1175-1179, 2009.

BRAGANÇA, R. B. Corante e indicador de paracetamol e aspirina: experimento de química orgânica. YouTube 1 vídeo (5:55). Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=3Zxpsq0opBw&t=1s>. Acesso em set. 2022.

CNIB – Centro Internacional de Informações sobre Biotecnologia. **Indofenol**. USA: Biblioteca Nacional de Medicina. PubChem Compound Summary CID 10379, 2022. Disponível em: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/indophenol>. Acesso em dez. 2022.

FELTRE, R. **Química Geral**. 6. ed. São Paulo: Moderna, 2004.

JORNAL MOMENTO QUÍMICO. Uma breve história da bioquímica. **Jornal Momento Químico**, 2021. Disponível em: <https://jornalmomentoquimico.wordpress.com/2018/08/23/uma-breve-historia-da-bioquimica/>. Acesso em nov. 2023.

MENDES, A. T.; PEDROZA, M. M. Determinação da concentração de nitrogênio amoniacal pelo método de Nessler. *In.*: **Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia-CONTECC**, Palmas/TO, set. 2019.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

SÍNTESE DO CORANTE 2-CARBOXI-INDOFENOL DISSÓDICO E VERIFICAÇÃO DE SUA PROPRIEDADE ANALÍTICA DE INDICADOR ÁCIDO-BASE
Leandro José Dias Gonçalves de Oliveira, Ana Júlia Bastos Madeira, Gabriel Penna Matias, Karolayne Naiara Oliveira Gomes, Letícia Rodrigues Lacerda

PONTES, F. V. M. *et al.* **Método indofenol para determinação de nitrogênio em amostras de solo.** Brasília: Mineralis, Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação, 2004. p. 1-10. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br:8080/bitstream/cetem/788/1/14Artigo%20JIC%202004%20Fernanda%20Veronesi%20e%20Maria%20Ines%20.pdf>. Acesso em jan. 2023.

RABELO, J. C. A. Corante azul feito com paracetamol e aspirina. YouTube 1 video (11:34). Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=7IFQOV2YahA&t=392s>. Acesso em set. 2022.

REIS, C. *et al.* Determination of ammoniacal nitrogen in samples of food, soil, fertilizers and water based on the reaction with formaldehyde. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 6, n. 5, p. 647-654, 2020.

SHEVCHENKO, I. **Synthesis of indophenol blue from N, N-dimethyl-4-nitrosaniline.** [S. l.: s. n.], 2020. License CC BY-SA 4.0. Disponível em: <https://wordpress.org/openverse/image/7447771d-c861-46e3-b101-45e95ef8ecb7>. Acesso em dez. 2022.

SOUZA, M. V. N. **Estudo da síntese orgânica baseado em substâncias bioativas.** Campinas: Átomo, 2010.

ZIARANI, G. M. *et al.* **Metal-free Synthetic Organic Dyes.** Rio de Janeiro: Elsevier, 2018.