



## DETERMINAÇÃO DE LIMITES DE DETECÇÃO DE FENOL EM AMOSTRAS DE ÁGUA PELO MÉTODO DO 4-AMINOANTIPIRINA

Clara Silva Amador  
Gabriel Martins Marques<sup>1</sup>  
Giovanna Caroline Vaz da Silva  
Jamersson Tácio Leite de Mendonça<sup>1</sup>  
Orientador: Prof. Dr. Alexandre de Jesus Barros

### RESUMO

A contaminação da água com compostos fenólicos através de efluentes é um problema frequente, que podem trazer diversos danos ambientais à fauna e a flora. Existem alguns métodos criados para constatar e quantificar a presença desses compostos em água, e um desses métodos é o de 4-aminoantipirina. Através desse trabalho buscamos determinar a concentração mínima detectável desses compostos através da espectrofotometria.

**Palavras-chave:** Fenol, espectrofotometria, 4-aminoantipirina, método colorimétrico

### ABSTRACT

Contamination of water with phenolic compounds through effluents is a frequent problem, which can bring several environmental damages to fauna and flora. There are some methods created to verify and quantify the presence of these compounds in water, and one of these methods is 4-aminoantipyrine. Through this work we seek to determine the minimum detectable concentration of these compounds through spectrophotometry.

**Keywords:** Phenol, spectrophotometry, 4-aminoantipyrine, colorimetric method

---

<sup>1</sup> Curso Técnico em Química – ETEC Irmã Agostina  
Av. Feliciano Correa s/n – Jardim Satélite - CEP 04815-240 - São Paulo – Brasil  
\* contato@etecia.com.br

## 1 INTRODUÇÃO

Fenol é um hidrocarboneto aromático que, em seu estado puro, existe sob a forma de cristais esbranquiçados ou incolores. O componente puro é misturado à água e vendido comercialmente na forma líquida. O fenol libera um odor doce e irritante detectável para a maioria das pessoas em concentrações de 40ppb (parte por bilhão) no ar e entre 1-8ppm (parte por milhão). (HAUPT,1994).

Os fenóis podem ser de origem natural ou artificial, e muitos efluentes contaminam águas subterrâneas devido as descargas industriais, sendo elas muitas vezes por indústrias de pesticidas, papel, refinarias, têxtil, farmacêuticas, plásticos, resinas e entre outras, que contém em seus resíduos muitos PHAs e fenóis dissolvidos á níveis alarmantes, em termos de efeitos na saúde de animais e plantas. (CHANNA, 2019).

O envenenamento por fenol leva á sintomas como boca e garganta seca, urina escura e grande irritação nas mucosas. A exposição crônica aos vapores de fenol pode causar perda de peso, anorexia, fraqueza, cefaleia e dores musculares além de danos teciduais no fígado, rins e pulmões. (BOLTON, 1942).

O uso de 4-aminoantipirina para a determinação colorimétrica de materiais fenólicos foi proposto por Emerson em 1943. Onde ele propôs a reação que consistia em misturar o material fenólico, 4-aminoantipirina e um oxidante alcalino, o ferricianeto de potássio foi o oxidante escolhido, em uma solução de pH elevado para evitar a formação do produto de substituição do composto químico, formando vermelho antipirina sendo proporcional ao fenol. (CHITRA,2019) (EMERSON,1943).

A sensibilidade da reação depende da concentração do corante formado. Hidrocarbonetos clorados, como clorofórmio, foram usados para extrair o corante da mistura de reação. O clorofórmio mostrou-se ser o melhor dos hidrocarbonetos clorados na extração de corantes. O corante aquoso vermelho foi extraído com clorofórmio para produzir uma solução laranja ou amarela. A estabilidade máxima da cor mostrou-se na faixa de pH de 9,4-10,2. (CHITRA,2019) (ETTINGER,1951).

Em análises de amostras contaminadas com fenol, existe uma problemática frequente, tal composto muitas vezes está presente em concentrações baixíssimas, não sendo capazes de serem identificados em aparelhos como HPLC devido sua baixa concentração, então o método desenvolvido por Emerson, em 1943, nos permite realizar análises espectrofotométricas. Com essa problemática, nosso trabalho busca definir qual a concentração mínima, em ppb, detectável no Espectrofotômetro de absorção molecular (UV-Vis).

## 2 METODOLOGIA

O princípio da metodologia é que os fenóis assim reagem com 4-aminoantipirina em pH  $10,0 \pm 0,2$  na presença de ferricianeto de potássio para formar o corante antipirina, cuja absorbância é lida no espectrofotômetro á 460nm. Este corante é extraído com clorofórmio, antes da leitura da absorbância no espectrofotômetro.

### 2.1 MATERIAIS

**Tabela 1: reagentes**

Reagente	Fórmula	Fabricante
4-AMINOANTIPIRINA	$C_{11}H_{13}N_3O$	NEON
CLORETO DE AMÔNIO	$NH_4CL$	F. MAIA
FENOL	$C_6H_6O$	NERK
CLOROFÓRMIO	$CHCl_3$	SYNTH
FERRICIANETO DE POTÁSSIO	$K_3[FE(CN)_6]$	SYNTH
HIDRÓXIDO DE AMÔNIO	$NH_4OH$	SYNTH

Fonte: própria

**Tabela 2: equipamentos**

Nome	Fabricante
Espectrofotômetro de Absorção Molecular (Uv-Vis)	Nova 1600UV

Fonte: própria

### 2.1 MÉTODO 4-AAP

Para realizar o método foram necessárias as seguintes soluções:

#### 2.1.2. Solução de 4-aminoantipirina 3%

Foi preparado uma solução de 25ml com água destilada com uma concentração de 3%. A solução foi preparada diariamente.

#### 2.1.3. Solução de ferricianeto de potássio

Foi preparado uma solução de 50ml com água destilada de  $K_3Fe(CN)_6$  á uma concentração de 2%. A solução foi preparada diariamente.

#### 2.1.4. Solução de cloreto de amônio a 5%

Foi preparado uma solução de 100ml com água destilada á uma concentração de 5% de cloreto de amônio ( $NH_4Cl$ ) em água destilada.

Preparada semanalmente.

### 2.1.5. Solução de fenol

Foi preparado previamente uma solução estoque de fenol á uma concentração de 1.140.000 ppb e foi retirada uma alíquota dessa solução a fim de realizar uma diluição para uma concentração de 3800 ppb. A partir da solução menos concentrada, foram retiradas alíquotas para se obter 25ml nas seguintes concentrações: 15ppb, 30ppb, 50ppb, 100ppb e 150ppb.

### 2.2.1. Preparo dos padrões

Todos os padrões foram tratados da seguinte forma, inclusive o branco não contendo o analito, na respectiva ordem foi adicionado: 1ml de cloreto de amônio 5% e 1ml de hidróxido de amônio concentrado a fim de tamponar o meio em pH 10 (confirmar com pHmêtro), em pH  $10,0 \pm 0,2$ , adicionar 667uL da solução de 4-AAP e 1,66uL de ferricianeto de potássio. Agitar constantemente a cada adição. Irá se obter um corante amarelado, o potencial de cor está ligado diretamente com a concentração do analito fenol. Segundo a NBR 10740, amostras desconhecidas devem passar por destilação a fim de remover impurezas não voláteis. Por se tratar de uma amostra conhecida, isso não foi necessário.

### 2.2.2. Extrações com clorofórmio

A extração com clorofórmio permite separar apenas o corante do restante da solução mantendo nível de estabilidade ideal para a amostra que será analisada, não interferindo na concentração da solução. As soluções com os padrões obtidos, inclusive o branco, foram adicionados separadamente em funis de extração, cada padrão inclusive passou por duas extrações, em cada extração foi adicionado inicialmente 5ml de clorofórmio, agitado no mínimo 10 vezes, esperou-se 3 minutos para retirar o primeiro extrato, e repetiu-se o processo mais uma vez em todos os padrões.

### 2.2.3 Leitura espectrofotométrica

Após a extração, o corante extraído foi adicionado em cubetas de vidro casadas e lidas em 460nm. Cada leitura foi calmamente analisada e repetida a fim de não obtermos resultados com interferência.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A leitura realizada no Espectrofotômetro de Absorção Molecular (UV-Vis) mostrou os seguintes resultados de absorbância para cada padrão:

**Tabela 3: dados de absorbância**

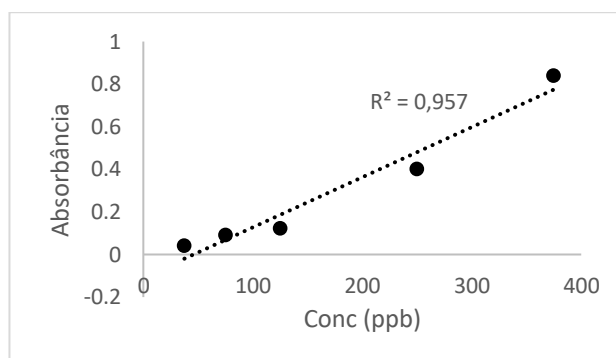
### Espectrofotométrica

Conc. em ppb dos ensaios	Conc. real em ppb pós extração	Absorbância
15	37,5	0,04
30	75	0,09
50	125	0,12
100	250	0,40
150	375	0,84

Fonte: própria

A partir desses dados pudemos saber que concentrações abaixo de 15 ppb não é possível detectar leitura no espectrofotômetro e realizar a sua curva de calibração, obtendo assim um  $R^2 = 0,957$  e chegando a concentração mínima de detecção do espectrômetro Absorção Molecular de 15 ppb.

**Figura 1: curva de calibração fenol**



Fonte: própria

## 4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir dos resultados obtidos através desse trabalho podemos definir qual a concentração mínima detectável do composto fenol através do método 4-aminoantipirina, sendo de 15 ppb no espectrofotômetro de absorção molecular. O trabalho apresentado também ajudou a desenvolver uma metodologia para concentrações baixas desse composto possibilitando assim uma base futura, para novos trabalhos de nossa instituição de ensino.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Deus, que nos deu força para continuar com este trabalho, agradecemos também os nossos familiares e incentivadores, ao nosso orientador Professor Dr. Alexandre Barros e os professores Fábio Rizzo Aguiar e Thais Taciano, a toda equipe do curso Tec. Em química e aos professores pelo excelente trabalho, nos preparando para esse momento.

## REFERÊNCIAS

1-ASOSIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS: NBR 10740 água – determinação de fenol total 1989  
<https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/4430/abnt-nbr10740-agua-determinacao-de-fenol-total-metodo-de-ensaio>

2- BOLTON, E. K. Chemical Industry Medal. Development of Nylon. *Industrial and Engineering Chemistry* 1942, 34, 53.  
DOI.org/10.1021/ie50385a011

2- CHANNA, A.M.; BAYTAK, S.; MEMON, S.Q.; TALPUR, M.Y. Equilibrium, kinetic and thermodynamic studies of removal of phenol from aqueous solution using surface engineered chemistry. *Heliyon*, v.5, n.6 e01852, 2019  
DOI.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01852

3- Chitra V, G Tamilselvan, IMVM Enoch, Paulraj M S. Phenol Sensing Studies by 4-Aminoantipyrine Method A Review. *Química Orgânica e Medicinal IJ*. 2018; 5(2): 555657.  
DOI: [10.19080/OMCIJ.2018.05.555657](https://doi.org/10.19080/OMCIJ.2018.05.555657)

4- EMERSON, E. (1943). The condensation of aminoantipyrine. li. A new color test for phenolic compounds. *The Journal of Organic Chemistry*, 08(5), 417–428.  
DOI:10.1021/jo01193a004

5- E. K. Bolton; *Industrial & Engineering Chemistry* 1942 34 (1), 53-58  
DOI: 10.1021/ie50385a011

6 - HAUPT, R. A.; JR, T. S. Characterizations of Phenol-Formaldehyde Resol Resins. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 1994, 33, 693.  
DOI.org/10.1021/ie00027a03

7- M Ettinger, C Ruchhoft, and R Lish Sensitive 4-Aminoantipyrine Method for Phenolic Compounds *Analytical Chemistry* 1951 23 (12), 1783-1788 DOI: 10.1021/ac60060a019

