

LAS NUEVAS TECNOLOGÍAS ESTÁN EN EL AULA. LOS SENSORES DE CONDUCTIVIDAD Y pH ¿SON CONFIABLES?

María Bardanca

Instituto de Profesores Artigas. Montevideo. Uruguay. Cátedra Química Analítica de Medicamentos. Facultad de Química. Montevideo Uruguay. bardanca@fq.edu.uy.

Resumen

Las nuevas tecnologías han llegado al aula y entre ellas la incorporación de sensores (dataloggers), que nos permiten la medición de distintos parámetros, que posibilitan ampliar las propuestas experimentales en nuestras clases.

Lo que nos interesa conocer es si hay apartamiento significativo en los valores obtenidos con estos nuevos equipos, en qué casos los podemos aplicar satisfactoriamente y si hay apartamiento, como pueden afectar nuestras conclusiones en las actividades propuestas. En este caso trabajamos con sensores de conductividad y pH para determinar el contenido de ácido acetilsalicílico en comprimidos coloreados.

Palabras clave: Sensores; ácido acetilsalicílico; valoración potenciométrica; valoración conductimétrica.

Introducción

Las actividades experimentales tienen un rol relevante en la enseñanza de la Química. Habitualmente los docentes buscamos que estas propuestas no sean actividades inventadas para la enseñanza, ni que tampoco sean actividades de lápiz y papel. Buscamos que no solo estén relacionadas con las temáticas que estamos desarrollando en el aula sino también que estén relacionadas con hechos

de nuestro diario vivir y dentro de lo posible que sean integradoras de saberes adquiridos en otras asignaturas.

En general propuestas de este tipo son muy bien aceptadas por los estudiantes y despiertan su interés, porque generan desafíos genuinos para resolver las distintas situaciones que se van presentando en el desarrollo de la actividad propuesta.

En el presente trabajo se propone la determinación de ácido acetil salicílico (AAS) en comprimidos coloreados, empleando distintas metodologías, con el fin de comprobar que contienen la cantidad declarada en la rotulación.

El AAS, conocido habitualmente como aspirina, ha sido empleado por los docentes, como recurso didáctico en varias oportunidades (Borer,2000), (Brown,1973) (Byrd,2003) (DeLorenzo,1977) (Lamont,2009) (Marrs,2004) (Proctor, 1961) (Gilman,1965) (Street,1988), por ser muy conocido por todos y además muy fácil de adquirir.

Los laboratorios de los centros de enseñanza, muchas veces no disponen de los instrumentos de medida que los docentes necesitan tener, para el desarrollo de las actividades experimentales que planifican. En general estas carencias se deben al costo de los instrumentos. Con el fin de mitigar este problema desde el año 2013 dentro del Plan Ceibal se han distribuido en muchos centros educativos, tanto de Enseñanza Media como en los centros de formación docente de nuestro País, sensores Gensci Globisens® y Neulog® En el IPA (Instituto de Profesores Artigas), además desde hace unos años, también hay sensores de la marca Pasco® por este motivo dentro de los objetivos está también la evaluación de la performance de los sensores para su implementación en las actividades experimentales y conocer su exactitud, sensibilidad y reproducibilidad.

El AAS es un ácido débil, cuya fórmula estructural se muestra en la Figura 1.

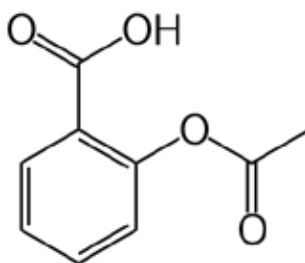


Figura 1. Fórmula estructural de AAS

Debido a que se propone trabajar con comprimidos coloreados, no es viable llevar a cabo la cuantificación mediante una hidrovolumetría, empleando reactivo indicador para la determinación del punto final; lo que hace necesario recurrir a métodos instrumentales para su determinación. Para resolver esta situación, se va a llevar a cabo una valoración potenciométrica y una valoración conductimétrica.

Materiales y métodos

pHmetro Crison micro pH 2000 equipado con electrodo mixto Crison N° Catálogo 52-02 (membrana de vidrio-Ag/AgCl), Conductímetro Crison micro CM 2200 equipado con electrodo de platino y compensador automático de temperatura. Sensores (dataloggers): Pasco® (Xplorer GLX PS2002) equipado con PAS conductivity SNS PS-2102 y pH sensor PS 2102. Labdisc y sensor Gensci Globisens con electrodo de pH (electrodo mixto membrana de vidrio-Ag/AgCl). Agitador magnético.

Hidróxido de sodio para análisis, ftalato ácido de potasio patrón primario, agua destilada, etanol 95°, fenolftaleína, buffers para calibración de pHmetro, Orión Thermo Scientific tazables a SRM NIST: pH = $4,01 \pm 0,01$ a 25°C, pH = $7,00 \pm 0,01$ a 25°C, pH = $10,01 \pm 0,01$ a 25°C. Patrón de conductividad Crison, KCl 0,010M cat N° 23-150-02. Aspirinetas® conteniendo 100 mg de AAS/comprimido adquiridas en una farmacia de Montevideo

Procedimiento para la valoración potenciométrica

Calibrar previamente el pHmetro siguiendo las instrucciones del manual del equipo.

Tomar 1 comprimido de Aspirineta®, molerlo en un mortero y trasvasar cuantitativamente a un vaso de bohemia de 100 mL. (si es necesario emplee unos pocos mL del disolvente neutralizado)

Adicionar unos 50 mL de EtOH:H₂O (1:1) previamente neutralizado empleando fenolftaleína como indicador. Colocar una barrita magnética en el vaso de bohemia y poner el vaso sobre el agitador magnético. Agitar 2 o 3 minutos hasta que el AAS se disuelva.

Llenar y enrasar una bureta de 10 mL con la solución valorada de NaOH 0,1 M

Sumergir los electrodos en el vaso de bohemia.

Poner en funcionamiento el agitador magnético, teniendo cuidado que la barra de agitación no golpee los electrodos.

Hacer agregados de 0,5 mL del agente titulante hasta tener un gasto en la bureta de unos 10 mL y en cada caso registrar el valor de pH después de cada uno de los agregados

Graficar los valores de pH en función de los mL de agente titulante agregado.

Determinar en el grafico el volumen final de la titulación. Realizar los cálculos y expresar los resultados en mg de AAS por comprimido.

Comparar su resultado con el valor declarado en el blister de los comprimidos.

Neutralización del disolvente.

Preparar unos 50 mL de EtOH:H₂O (1:1). Adicionar 1 ó 2 gotas de fenoltaleína (1% m/v en etanol 95°) y neutralizar con NaOH 0,1 M. (Adicionar la solución de NaOH hasta obtención de un tinte rosado pálido persistente por 30 segundos, en general con 1 ó 2 gotas de NaOH 0,1 M alcanza).

Procedimiento valoración conductimétrica

Calibrar el conductímetro siguiendo el procedimiento descrito en el manual del instrumento.

Colocar una aspirineta en un vaso de bohemia de 250 mL,

Adicionar 100,0 mL de una mezcla de EtOH:AGUA (1:1) colocar una barrita magnética en el vaso de bohemia y poner el vaso sobre el agitador magnético.

Agitar 3 o 4 minutos con el agitador magnético hasta que el comprimido se disgregue y el AAS se disuelva.

Llenar y enrasar una bureta de 10 mL con la solución valorada de NaOH 0,1 M

Sumergir en el vaso de bohemia los electrodos y la sonda de temperatura.

Poner en funcionamiento el agitador magnético, teniendo cuidado que la barra de agitación no golpee ni los electrodos ni la sonda de temperatura y asegurarse que los electrodos queden adecuadamente sumergidos.

Hacer agregados de 1mL del agente titulante hasta tener un gasto en la bureta de unos 10 mL y en cada caso registrar el valor de conductividad después de cada uno de los agregados.

Graficar los valores de conductividad en función de los mL de agente titulante agregado.

Determinar en el gráfico, el volumen final de la titulación (punto de corte de las pendientes de las dos rectas)

Realizar los cálculos y expresar los resultados en mg de AAS por comprimido.

Comparar el resultado obtenido experimentalmente con el valor declarado en el blister de los comprimidos.

Resultados y discusión

Dentro de nuestros objetivos estaba la comparación de los datos obtenidos con los sensores también conocidos como “dataloggers” y los obtenidos con instrumentos de medición que habitualmente podemos encontrar en nuestros laboratorios.



Figura 2. pHmetro crison, sensores Pasco y Gensci- Globisens



Figura 3. Vaso de titulación con electrodos

Se empleó un equipo Pasco con sensor de pH y sensor de conductividad y equipo Gensci-Globisens con sensor de pH (Figuras 2, 3, 6 y 7). En ambos casos se compararon los resultados con los obtenidos con pHmetro y conductímetro con el fin de evaluar el funcionamiento de estos nuevos dispositivos incorporados en los últimos años en la enseñanza. Se sumergieron los electrodos de todos los equipos en el mismo vaso de valoración (Figura 3) con el fin de obtener datos experimentales del mismo proceso analítico, en forma simultánea con todos los equipos.

Tanto el pHmetro como el conductímetro fueron calibrados antes de ser usados, empleando soluciones estándar de referencia de pH y conductividad.

Es importante destacar que en este caso no es necesario tener los equipos calibrados, ya que el volumen final de la titulación no depende de la calibración del instrumento de medida. Si la calibración del pHmetro o del conductímetro estuviera muy alejada de los valores reales puede ocurrir que algunas de las medidas, no puedan ser registradas por estar fuera de la escala del instrumento.

Los sensores en la enseñanza se emplean cada vez más por varios motivos, entre ellos podemos destacar: la facilidad de manejo, su bajo costo y la gran versatilidad que poseen, ya que, un mismo equipo puede disponer de varios sensores y se pueden emplear por ejemplo en química, física, biología y geografía. Los sensores Gensi-Globisens y Pasco son portátiles y los sensores Neulog a pesar de que requieren de una PC (por ejemplo las ceibalitas con el software correspondiente) también son pequeños, livianos y muy fáciles de transportar, lo que permite que en todos los casos se puedan hacer medidas fuera del laboratorio como por ejemplo en trabajos de campo.

El equipo Gensi- Globisens está equipado con electrodo mixto no rellenable. El equipo no da la posibilidad de calibración, por lo que supusimos que el electrodo es de los que la calibración se mantiene por unos 3 años desde su fabricación.

En las Figuras 4 y 5 se muestran las curvas de titulación obtenidas en la valoración potenciométrica. Se puede observar como disminuyó su respuesta en el cambio brusco de pH (punto final de la titulación). En estos momentos después de 4 años de uso no es posible emplearlos para realizar curvas de titulación de aminoácidos (por ejemplo glicina) ya que en este caso la variación de pH en el punto final no es muy pronunciado y el electrodo no lo detecta adecuadamente.

En el caso del sensor Pasco, los resultados son totalmente coincidentes con los obtenidos con el pHmetro. También es importante destacar que las lecturas son muy estables y reproducibles.

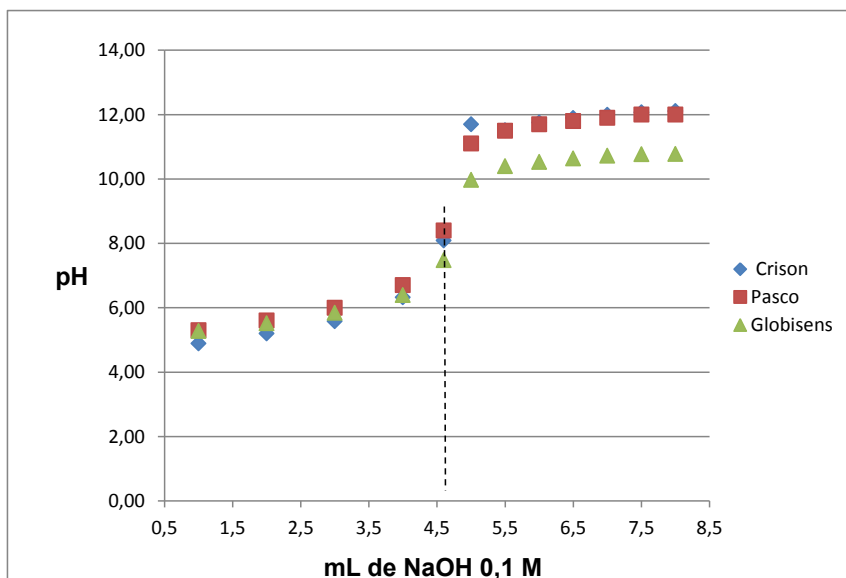


Figura 4. Curva de titulación de AAS con NaOH 0,1 M (valoración potenciométrica) Realizada en curso Análisis Químico en el IPA en 2016.

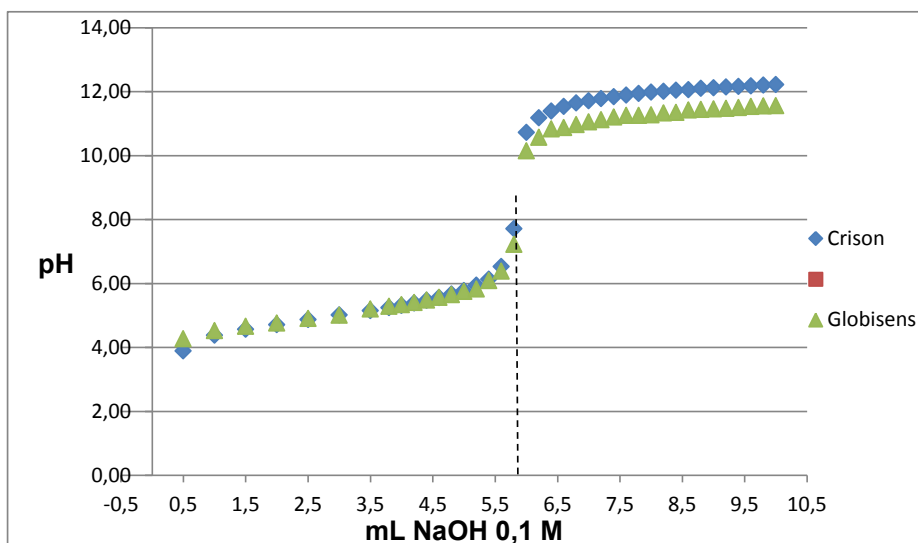


Figura 5. Curva de titulación de AAS con NaOH 0,1 M (valoración potenciométrica). Realizada en curso Análisis Químico en el Profesorado Semipresencial en 2013.



Figura 6. Conductímetro Crison



Figura 7. Sonda de temperatura y electrodo de platino

En las Figuras 6 y 7 se muestra el conductímetro Crison con la sonda de temperatura y electrodos de platino y en la Figura 8 las curvas correspondientes a la titulación conductimétrica.

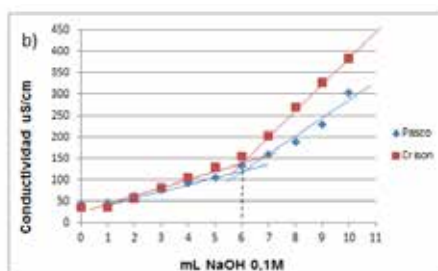
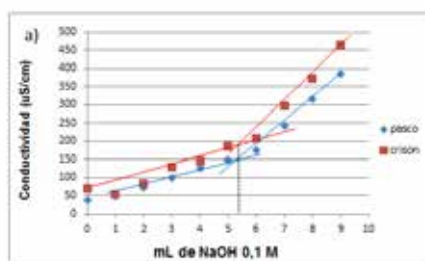


Figura 8 Curva valoración conductimétrica de AAS con NaOH 0,1 M empleando conductímetro Crison micro CM 2200 y sensor Pasco a) obtenida en 2013. b) obtenida en 2017.

Nuestras autoridades sanitarias (MSP), han establecido que los valores de dosificación en este caso, deben estar comprendidos entre 90,0 y 110,0% del valor declarado en la rotulación del blister. En este rango está incluida la variabilidad en el proceso de elaboración de la especialidad farmacéutica, la variabilidad en la determinación analítica y la disminución de la concentración de AAS a lo largo del tiempo de vida útil, por degradación del mismo.

Los resultados de las titulaciones del AAS en los comprimidos coloreados empleando los distintos equipos de medición se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

Resultados obtenidos con los distintos equipos empleados en la determinación cuantitativa de AAS en Aspirinetas®.

Año	pHmetro Crison Pasco	Valoración potenciométrica (mg/comp)		Valoración conductimétrica (mg /comp)	
		Sensor		Conductímetro Crison	Sensor Pasco
		Gensci Glo- bisens			
2013	100,5	100,5	100,5	99,6	99,9
2016- 2017	98,5	98,5	100,5	100,2	100,2

Nota: En todos los casos se utilizó Aspirinetas conteniendo 100 mg de AAS por comprimido.

Conclusiones

Los sensores constituyen un aporte importante para el desarrollo de actividades experimentales, permiten a un costo razonable disponer de una gran variedad de instrumentos.

El equipo Pasco tanto con sensor conductividad como con sensor pH tiene una respuesta rápida y estable. Los resultados obtenidos son comparables con instrumentos tradicionales como pHmetro y conductímetro. El equipo Gensci Globisens equipado con sensor pH, tiene una respuesta más lenta y no da una lectura estable (en cada uno de los puntos experimentales de la titulación se esperó entre 8 y 10 segundos y luego se promediaron los 5 últimos valores registrados). La amplitud de pH en el volumen final de la titulación es bastante menor,

como se puede apreciar en las gráficas (Figuras 4 y 5), lo que limita sus aplicaciones. Por otro lado, algo importante a destacar es que el potencial de asimetría y sensibilidad varían con el tiempo y el uso del electrodo, de ahí la necesidad de calibrarlo periódicamente con soluciones buffers de referencia (Crison, 2001), pero el equipo Globisens no tiene como realizar la calibración. El electrodo va perdiendo sensibilidad a medida que transcurren los años, como se puede ver en las gráficas obtenidas con datos tomados en el 2016 y en 2013, lo que hace necesario comprar electrodos mixtos especiales. (cuya calibración se mantiene más tiempo) El modelo del equipo Gensci Globisens y Neulog suministrados al IPA no tienen la posibilidad de medir conductividad por lo que solo se evaluó el sensor Pasco.

Referencias bibliográficas

- Borer, Londa L., Barry Edward., (2000). Experiments with Aspirin. *Journal of Chemical Education* 77 (3), 354-355.
- Brown David B., Friedman Lawrence B. (1973). The aspirin project. Laboratory experiments for introductory chemistry. *Journal of Chemical Education* 50(3), 214.
- Byrd, Houston., Odonnel Stephen E. (2003) A general Chemistry laboratory theme: Spectroscopic Analysis of Aspirin. *Journal of chemical Education*. 80 (2), 174.
- Crison. (2001) *Manual Crison pH-metros GLP 21/22* recuperado del sitio web <http://ieb-srv1.upc.es/gieb/Manuals/pdf/GLP21-GLP22.pdf>
- DeLorenzo, Ronald. (1977) The effects of HCl and Aspirin on the stomach; An equilibrium Review. *Journal of Chemical Education* 54(5), 306.
- Lamont, Liana. (2009). Using Aspirin as a teaching tool. *Journal of Chemical Education*. 86 (4), 476.
- Marrs Peters, S. (2004). Class projects in physical organic chemistry: The hydrolysis of Aspirin. *Journal of Chemical Education* 81(6), 870-873.
- Proctor, James S., Roberts John E. (1961). Analysis of Aspirin: A conductometric Titration. *Journal of Chemical Education* 38 (9), 471.
- Gilman Alfred J., Shen, Samuel Y. (1965). Potentiometric titration of Aspirin in Ethanol. *Journal of Chemical Education* 42 (10), 540.
- Street Kenneth W. (1988). Development for analysis of aspirin tablets. *Journal of Chemical Education*. 65(10), 914-915.