

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
CURSO DE BACHARELADO EM QUÍMICA**

**CAMILA DE OLIVEIRA MAZETTO**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE QUELATOS DE Fe E Mg COM  
8-HIDROXIQUINOLINA.**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**PATO BRANCO**

**2019**

CAMILA DE OLIVEIRA MAZETTO

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE QUELATOS DE Fe E Mg COM  
8-HIDROXIQUINOLINA.**

Projeto de Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Pato Branco, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química.

Orientador: Prof. Dr. Henrique Emilio Zorel Junior

PATO BRANCO

2019

## **TERMO DE APROVAÇÃO**

O trabalho de diplomação intitulado Síntese e Caracterização de Quelatos com Fe e Mg com 8-Hidroxiquinolina foi considerado APROVADO de acordo com a ata da banca examinadora N°8.2.2019-B de 2019.

Fizeram parte da banca os professores.

Henrique Emilio Zorel Junior

Cristiane Regina Budziak Parabocz

Vanderlei Aparecido de Lima

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer algumas pessoas que foram fundamentais para minha jornada acadêmica e para que eu conseguisse concluir este trabalho.

Em primeiro lugar agradecer meus pais, Vera Lucia de Oliveira Mazetto e Gilberto Mazetto, por acreditarem em mim e batalharem muito para que eu pudesse estudar e ter um diploma.

Minha irmã, Beatriz de Oliveira Mazetto, que sempre me apoiou, ouviu meus desabafos e me deu forças para continuar.

Quero agradecer ao meu amigo Jefferson Gemelli, que se dispôs a me ajudar tanto na elaboração quanto na apresentação deste trabalho.

Agradecer também aos meus amigos Daniel Varjão, Paulo H. Lazzaroto, André Desconse, Ana Caroline Silvestro e Cristielen Rizzon Massaroli, por estarem ao meu lado, me apoiarem e confiarem em mim.

Quero agradecer a uma pessoa especial, João Victor, pela paciência, companheirismo, carinho, amizade e por me manter calma antes da apresentação. Me apoiou e esteve ao meu lado, mesmo a quilômetros de distância.

Em especial quero agradecer ao meu orientador Dr. Henrique Emilio Zorel Junior, pessoa pela qual tenho enorme admiração. Um ser humano incrível, acreditou em mim quando eu já havia desistido de mim mesma, foi paciente com o meu tempo, me apoiou e me incentivou acima de tudo. Obrigado professor por ter depositado em mim sua confiança. O senhor é um excelente profissional e muitos alunos da graduação o veem como um exemplo de professor. Muitos discentes deveriam ter o senhor como exemplo.

Sou extremamente grata a todos que de alguma forma contribuíram para meu crescimento.

## EPÍGRAFE

“Não importa o que aconteça, continue a nadar.”  
(WALTERS, GRAHAM; PROCURANDO NEMO, 2003).

## RESUMO

MAZETTO, Camila Oliveira. **Síntese e Caracterização de Quelatos de Ferro e Magnésio com 8-Hidroxiquinolina**. 2019. 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2019.

Neste trabalho foi estudado a obtenção dos quelatos de ferro e magnésio pelo método de precipitação química. A síntese dos quelatos foi realizada pela mistura dos nitratos metálicos com a 8-hidróxiquinolina. O pH do meio reacional foi ajustado em 9,0 para o ferro e 9,5 para o magnésio, através da adição de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH). Depois, os precipitados foram filtrados, lavados, secos e em seguida caracterizados por DRX, FTIR, MEV e Análise térmica.

Através da FTIR foi possível determinar as ligações C-N, C-O, Metal-N e Metal-O, o que confirma a quelação do metal. O estudo do comportamento térmico foi realizado por termogravimetria e análise térmica diferencial, sob taxas de aquecimento de 5, 10 e 20 °C min<sup>-1</sup> e atmosferas de ar sintético e de nitrogênio. Através das curvas DTA, foi possível observar picos endotérmicos, os quais, podem ser atribuídos a fusão e a desidratação, que mostra o quelato de ferro anidro, picos exotérmicos, sob atmosfera de ar sintético, para a decomposição oxidativa. Assim, conclui-se que o método de precipitação química proposto, demonstrou-se tecnicamente viável para a produção dos quelatos e que as condições de análise afetam no comportamento de decomposição térmica dos quelatos.

**Palavras-Chave:** 8-hidroxiquinolina. Método de Precipitação Química. Análise Térmica. Quelatos metálicos.

## ABSTRACT

MAZETTO, Camila Oliveira. **Synthesis and Characterization of Iron and Magnesium Chelates with 8-Hydroxyquinoline**. 2019. 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química). Universidade Tecnológica Federal

In this work it was studied the obtaining of iron and magnesium chelates by the chemical precipitation method. The synthesis of chelates was performed by mixing the metal nitrates with 8-hydroxyquinoline. The pH of the reaction medium was adjusted to 9.0 for iron and 9.5 for magnesium by the addition of ammonium hydroxide (NH<sub>4</sub>OH). The precipitates were then filtered, washed, dried and then characterized by XRD, FTIR, SEM and Thermal Analysis.

Through FTIR it was possible to determine the C-N, C-O, Metal-N and Metal-O bonds, which confirms the chelation of the metal. The study of thermal behavior was performed by thermogravimetry and differential thermal analysis under heating rates of 5, 10 and 20 ° C min<sup>-1</sup> and atmospheres of synthetic air and nitrogen. Through DTA curves, it was possible to observe endothermic peaks, which can be attributed to fusion and dehydration, which shows anhydrous iron chelate, exothermic peaks, under synthetic air atmosphere, for oxidative decomposition. Thus, it is concluded that the proposed chemical precipitation method proved to be technically feasible for chelate production and that the conditions of analysis affect the thermal decomposition behavior of chelates.

**Keywords:** 8-hydroxyquinoline. Chemical Precipitation Method. Thermal analysis. Metal chelates.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- 8-Hidroxiquinolina .....	14
Figura 2 - Anel de cinco membros formado entre o complexante e o íon metálico. ...	15
Figura 3 - Microscopia Eletronica de Varredura da amostra contendo ferro. ....	24
Figura 4 - Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra contendo magnésio. ....	24
Figura 5 - Difratoogramas das amostras 8-HQ, Fe-8HQ e Mg-8HQ. ....	25
Figura 6 - FTIR do quelante 8HQ.....	26
Figura 7- FTIR obtidos dos complexos Fe-(HQ) <sub>3</sub> , Mg-(HQ) <sub>2</sub> e da 8-HQ.....	27
Figura 8- Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ) <sub>3</sub> à 5 °C min <sup>-1</sup> em ar. ....	28
Figura 9 - Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ) <sub>3</sub> a 10 °C min <sup>-1</sup> em ar. ....	29
Figura 10 - Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ) <sub>3</sub> a 20 °C min <sup>-1</sup> em ar ....	30
Figura 11 - Comportamento térmico da amostra Mg-(8HQ) <sub>2</sub> a 5 °C min <sup>-1</sup> em ar.....	30
Figura 12 - Comportamento térmico da amostra Mg-(8HQ) <sub>2</sub> a 10 °C min <sup>-1</sup> em ar.....	31
Figura 13 - Comportamento térmico da amostra Mg-(8HQ) <sub>2</sub> a 20 °C min <sup>-1</sup> em ar.....	32
Figura 14 - Comportamento térmico do quelato Fe-(8-HQ) <sub>3</sub> à 20 °C min <sup>-1</sup> em N <sub>2</sub> .....	34
Figura 15 - Comportamento térmico do quelato Mg-(8HQ) <sub>2</sub> à 20 °C min <sup>-1</sup> em N <sub>2</sub> .....	34



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Lista de Reagentes .....	19
Tabela 2 - pH final para precipitação.....	20
Tabela 3 - Dados das curvas TGA/DTG e DTA (Ar sintético).....	33

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	12
2.	OBJETIVOS .....	13
2.1	OBJETIVO GERAL .....	13
2.2	OBJETIVO ESPECÍFICO .....	13
3.	REFERENCIAL TEÓRICO .....	14
3.1	O FERRO .....	14
3.2	O MAGNÉSIO .....	14
3.3	A 8-HIDROXIQUINOLINA (8-HQ).....	14
3.4	OS COMPLEXOS .....	15
3.5	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE COMPLEXOS .....	16
3.5.1	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....	16
3.5.2	ESPECTROMETRIA VIBRACIONAL DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR) .....	17
3.5.3	MICROSCOPIA ELETRONICA DE VARREDURA (MEV) .....	17
3.5.4	ANÁLISE TÉRMICA .....	17
4.	MATERIAL E MÉTODOS .....	19
4.1	PREPARO DE SOLUÇÕES .....	19
Fonte:	Autoria própria. ....	19
4.2	PREPARO DOS QUELATOS .....	19
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS QUELATOS.....	20
4.4	ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO .....	20
5.	TRATAMENTO DE RESÍDUOS .....	22
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	23
6.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	24
6.2	Difratometria de Raios X (DRX) .....	25
6.3	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO (FTIR).....	26
6.5	Análise Térmica .....	28
7.	Conclusão .....	36
	REFERÊNCIA .....	37

## 1. INTRODUÇÃO

A tabela periódica é composta em sua maioria por metais, os quais possuem propriedades físicas que os caracterizam e os tornam essenciais para o homem. Eles também possuem alta eficiência em formação de complexos. Os metais de transição, como o ferro, possuem maior estabilidade ao formarem complexos. (LEE, 2000).

As condições de formação dos complexos, tais como pH e temperatura podem afetar no complexo formado. Tanto o metal como o ligante podem também interferir no complexo formado.

Neste trabalho obteve-se e caracterizou-se complexos de Ferro e Magnésio na forma de pó, utilizando como agente quelante a 8-hidroxiquinolina. Além disso, estudou-se a decomposição térmica dos quelatos, sob diferentes razões de aquecimento e atmosfera para verificar o comportamento térmico.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Obter, caracterizar e estudar o comportamento térmico dos quelatos de Fe e Mg com 8-hidroxiquinolina.

### 2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Precipitar os metais  $\text{Fe}^{3+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  na forma de complexos pelo agente quelante 8-hidroxiquinolina.
- Caracterizar os complexos pelas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), difratometria de raios X (DRX), espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho (FTIR).
- Estudar a decomposição térmica dos quelatos por análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA), sob diferentes razões de aquecimento e atmosfera.

### 3. REFERENCIAL TEÓRICO

#### 3.1 O FERRO

O ferro é um dos elementos mais abundantes da crosta terrestre, pertence ao grupo 8 da tabela periódica e é um elemento de transição. De acordo com Lee (2000) esses elementos possuem subcamada d ou f parcialmente preenchidas, no caso do ferro, ele é chamado de elemento de transição externa pois tem subcamada d.

Possui cor prateada, não muito duro e é bastante reativo, sua massa atômica é 55,85, tem número atômico 26, apresenta ponto de ebulição de 1535 °C e ponto de fusão de 2750 °C, sua densidade relativa é de 7087 g.cm<sup>-1</sup>. Principais estados de oxidação +2 e +3, sendo o Fe<sup>+3</sup> mais estável (LEE 2000).

#### 3.2 O MAGNÉSIO

O magnésio é o sexto elemento mais abundante da crosta terrestre, tem cor branca prateada, possui massa atômica 24,3, número atômico 12, apresenta ponto de ebulição 1105 °C e ponto de fusão 649 °C sua densidade relativa é de 1,74 g.cm<sup>-1</sup> (LEE 2000).

#### 3.3 A 8-HIDROXIQUINOLINA (8-HQ)

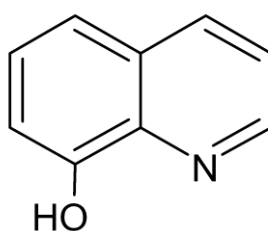


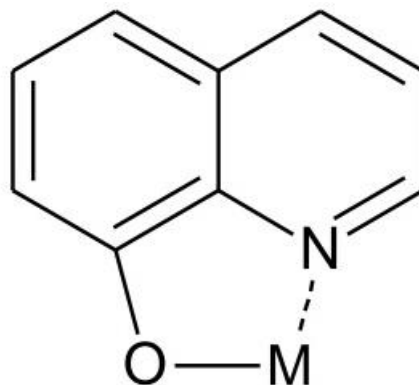
Figura 1- 8-Hidroxiquinolina  
Fonte: Autor/ACD-3D-ChemBasic

A 8-hidroxiquinolina (8-HQ), também chamada de 8-quinolinol, pertence ao grupo das oxinas, tem fórmula molecular C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>NO, coloração amarelada e apresenta boa solubilidade com solventes orgânicos. (ALMEIDA; EIRAS 2009). Em conjunto com vários metais (Al, Fe, Mg, Co, Zn, Mn, Co, etc.) estando em condições específicas de pH dão precipitados cristalinos bem definidos. (VOGEL,1988).

Ela forma anéis quelatos estáveis com vários metais apresentando forte capacidade de complexação (PIERRE ET AL. 2003).

O complexo se forma quando um hidrogênio se desprende, deixando o oxigênio com uma carga negativa, como o nitrogênio apresenta um par de elétrons livres, as ligações do metal ocorrem no oxigênio e no nitrogênio conforme a figura abaixo. (LEE, 2008)

Figura 2 - Anel de cinco membros formado entre o complexante e o íon metálico.



Fonte: (RETIZLAF, 2019).

### 3.4 OS COMPLEXOS

O termo compostos de coordenação é utilizado para designar um complexo neutro ou um composto iônico onde pelo menos um dos íons é um complexo (SHRIVER, D. F.; ATKINS 2003).

Grande parte dos compostos de coordenação tem como átomo central elementos metálicos na forma catiônica, que agem como ácido de Lewis (FARIAS, ROBSON FERNANDES DE, 2005).

Um complexo é uma combinação de um ácido de Lewis (o átomo metálico central) com um número de bases de Lewis (os ligantes). (SHRIVER, D. F.; ATKINS 2003)

A formação de íons complexos é chamada de forma de complexação (VOGEL, 1992).

Átomo doador é o átomo da base de Lewis que se liga ao átomo central, enquanto que o átomo receptor é o átomo metálico ou íon. Os complexos podem conter átomos ou íons metálicos do bloco s, p e d (SHRIVER, D. F.; ATKINS 2003).

“Em particular, os íons dos metais de transição formam muitos complexos

estáveis” (LEE 2000).

Ligantes quelantes podem produzir um quelato, este trata-se de um complexo onde o ligante forma um anel e cada membro inclui o íon metálico, este processo de formação de anéis é determinado pela quelação (VOGEL, 1992).

O efeito quelato é determinado, pelo aumento de entropia associada a formação desses compostos (FARIAS, ROBSON FERNANDES DE, 2005).

Na reação de formação, cada ligante polidentado substitui pelo menos dois ligantes monodentados, aumentando o número de íons, moléculas, ou radicais livres, com isso a entropia aumenta, favorecendo a formação dos quelatos (FARIAS, ROBSON FERNANDES DE, 2005).

A variação de entropia contribui para a estabilidade do quelato (FARIAS, ROBSON FERNANDES DE, 2005).

### 3.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE COMPLEXOS

#### 3.5.1 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Através desta técnica será avaliada a cristalinidade do quelato.

A difratometria de raios X é caracterizada pela manipulação da radiação eletromagnética por meio da absorção, difração, emissão, espalhamento e fluorescência (HALLIDAY; RESNICK 2007) (HOLLER ET AL. 2009).

Os principais meios para gerar estes raios X são: através do uso de um material radioativo que devido ao seu decaimento gera raios X; pelo bombardeamento de um feixe de elétrons de alta energia em um alvo metálico; e por meio da exposição a um feixe primário de raios X. (HALLIDAY; RESNICK 2007) (HOLLER ET AL. 2009).

O comprimento de onda dos raios X é muito curto, entre 0,01Å e 100Å, porém a distância entre os átomos num cristal é próxima o suficiente para que o cristal sirva como rede de difração para os raios X. (RUSSELL, 1994)

Em 1913, William e Lawrence Bragg mostraram que existe relação entre a distância das camadas de átomos, o comprimento de onda da radiação X e o ângulo de difração. E assim surgiu a Lei de Bragg, que descreve o princípio da difração de raios X.

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

Onde: n é um número inteiro,  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios X incidentes,

$d$  é a distância interplanar e  $\theta$  é o ângulo de difração.

### 3.5.2 ESPECTROMETRIA VIBRACIONAL DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

A técnica de FTIR será utilizada para avaliar as bandas de absorção provenientes das ligações M-O e M-N.

A região espectral do infravermelho compreende a radiação com números de onda no intervalo de aproximadamente 12800 a 10  $\text{cm}^{-1}$ . (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

As análises foram feitas com o equipamento, o FT- IR Spectrometer Frontier, marca Perkin Elmer®, utilizando pastilhas de KBr, no intervalo de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$

### 3.5.3 MICROSCOPIA ELETRONICA DE VARREDURA (MEV)

A técnica de MEV é de importância para estudar a morfologia do quelato.

A microscopia eletrônica é dividida em duas técnicas, a microscopia eletrônica de varredura que fornece imagens da morfologia externa e a microscopia eletrônica de transmissão que fornece imagens da morfologia interna do composto analisado. (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

A obtenção de imagens é feita através de um feixe de elétrons focalizado que é incidido na superfície da amostra sólida. Esse feixe de elétrons é movido linearmente até que toda área desejada tenha sido completamente varrida. Após a varredura são recebidos vários sinais, onde apenas os sinais de elétrons retroespalhados e secundários são usados para construir a imagem (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

### 3.5.4 ANÁLISE TÉRMICA

Nas técnicas de análise térmica uma propriedade física de uma substância ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura. A substância é submetida a um programa de temperatura durante a análise. (HOLLER, 2009)

Os métodos térmicos se diferem nos programas de temperatura aplicados e nas propriedades medidas. As quais são: Análise Termogravimétrica (TG), Análise Termogravimétrica Diferencial (DTG), Análise Térmica Diferencial (DTA) e



Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009)

Em uma Análise Termogravimétrica, enquanto a temperatura da amostra é aumentada, a massa de uma amostra em uma atmosfera controlada é continuamente registrada em função do tempo ou da temperatura (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

Como esta é uma análise extremamente sensível com perdas de massa muito pequenas, dispõe-se de termobalanças que são capazes de fornecer informações quantitativas de 1 mg a 100 g. A escolha da temperatura do forno também é importante na análise, variando até 1600 °C com taxas de aquecimento entre 0,1 °C min<sup>-1</sup> e 100 °C min<sup>-1</sup>.

A escolha do cadinho deve ser feita com modelos variando de 40 µL a 500 µL e de materiais inertes, como a platina, alumínio ou alumina. (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

Pode-se dizer que a DTG é uma melhoria da TG, onde a DTG usa a primeira derivada da TG para melhorar a resolução das transições obtidas na análise (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

A DTA consiste na análise da diferença de temperatura entre a amostra e o material de referência em função da temperatura enquanto a amostra e o material são submetidos a um programa de temperatura (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

A técnica de DSC mede as diferenças de energia, sendo considerada uma técnica quantitativa quando comparada ao DTA (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 PREPARO DE SOLUÇÕES

As soluções aquosas dos metais  $Mg^{+2}$  e  $Fe^{+3}$  foram preparadas a partir de seus nitratos e a massa de cada um foi determinada através da estequiometria esperada. Para preparar a 8-HQ é preciso dissolvê-la em uma solução de ácido acético  $2 \text{ mol L}^{-1}$ .

Foram utilizados os reagentes representados na tabela abaixo:

Tabela 1 - Lista de Reagentes

Reagente	Fabricante
$Mg(NO_3)_2$	VETEC
$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	ALPHATEC
$C_9H_7NO$	VETEC
$CH_3COOH$	VETEC
$NH_4OH$	ALPHATEC
$HNO_3$	ALPHATEC

Fonte: Autoria própria.

### 4.2 PREPARO DOS QUELATOS

Os quelatos foram preparados pela mistura das soluções dos metais, individualmente, com a solução do quelante, sob agitação constante e com monitoramento do pH por meio de um medidor de pH acoplado ao sistema. Caso ocorra precipitação de quelatos quando da mistura das soluções de metais e quelante, foi adicionado ácido nítrico para diminuir o pH. Em seguida foi adicionada lentamente solução aquosa de hidróxido de amônio, esta base foi escolhida por ser uma base fraca e elevar o pH de forma lenta, até atingir o pH desejado, indicado na Tabela 3. Depois, ficaram em processo de digestão por 2 horas, foram filtrados, lavados, secos em estufa por 24 horas a  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  e armazenados em dessecador contendo sílica-gel.

Tabela 2 - pH final para precipitação

Metal	pH
Ferro	9,0
Magnésio	9,5

Fonte: Autoria própria



#### 4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS QUELATOS

As técnicas FTIR, DRX e MEV foram utilizadas para a caracterização dos quelatos obtidos.

Foi utilizada a técnica de FTIR para avaliar as bandas de absorção provenientes das ligações M-O e M-N, na análise foi utilizado pastilhas de KBr, de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , com 2  $\text{cm}^{-1}$  de resolução e, por fim, 16 de número de acumulações. O equipamento utilizado será FT- IR Spectrometer Frontier, de marca Perkin Elmer®.

Por DRX foi avaliada a cristalinidade do quelato com o equipamento Difratorômetro MiniFlex600, de marca Rigaku®. Os dados de raios X foram coletados no modo de varredura contínua com velocidade de 0,5°  $\text{min}^{-1}$  no alcance de 5 a 60°. Sendo utilizado fonte de radiação  $\text{Cu K}\alpha$ , operando a 40 kV e 15 mA.

O estudo da morfologia do quelato foi realizado por MEV utilizando o microscópio TESCAN VEGA3 LMU, o qual estava operando entre 10-15 kv e 52 com distância de trabalho de 7-8 mm, as ampliações foram da ordem de 4, 12 e 30 kx para os quelatos e de 2,5, 12 e 30 kv para os óxidos. Esta análise foi realizada no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da Universidade federal do Paraná.

#### 4.4 ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO

O estudo do comportamento térmico será realizado sob atmosfera de ar sintético e razões de aquecimento de 5, 10 e 20  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , e sob atmosfera de nitrogênio, a 20  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . O equipamento utilizado será o SDT Q600 da empresa TA Instruments com porta-amostra de alfa-alumina e temperatura de análise de 30 a 700

°C e fluxo de gás de 100 mL min<sup>-1</sup>.

## 5. TRATAMENTO DE RESÍDUOS

O processo de obtenção dos quelatos conduz à geração de resíduos líquidos e sólidos.

Os resíduos líquidos são soluções básicas contendo metais e quelante não precipitados. A forma mais simples de tratamento é a diminuição da concentração da solução, provocando a precipitação dos compostos solubilizados, os quais podem ser filtrados e calcinados para diminuição do volume e posterior encaminhamento conforme normas do laboratório.

Os resíduos sólidos são constituídos pelos óxidos formados pela decomposição térmica dos quelatos e pelos papéis de filtro utilizados no processo de filtração, os quais ainda podem conter quelatos sólidos. Os papéis de filtro serão calcinados e os resíduos (óxidos) serão misturados para posterior encaminhamento conforme normas do laboratório.

## 6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os complexos obtidos na forma de pó foram analisados pelas técnicas DRX, MEV, FTIR e análise térmica. Para verificar a formação do complexo, sua morfologia, cristalinidade e verificar o comportamento térmico quando exposto a altas temperaturas.

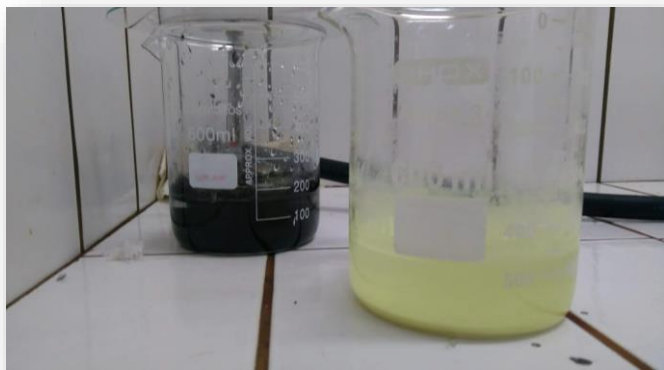


Figura 1 – Produção Quelato de Fe e Mg.  
Fonte: Autoria própria (2018).



Figura 2 – Quelato de Mg  
Fonte: Autoria própria (2018).



Figura 3 – Produção Quelato de Mg  
Fonte: Autoria própria (2018).



Figura 4 – Produção quelato de Fe  
Fonte: Autoria própria (2018).

### 6.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens de MEV foram obtidas nas ampliações a, b e c que são respectivamente 4000x, 12000x e 30000x

A figura 8 representa as imagens obtidas para o composto contendo ferro, já a figura 9 representa o composto contendo magnésio.

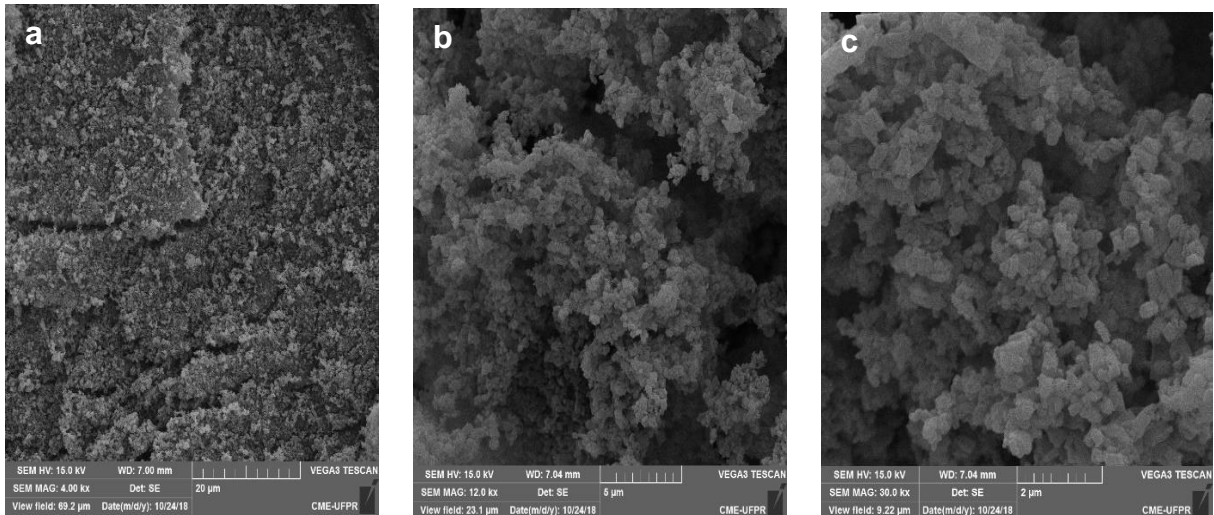


Figura 3 - Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra contendo ferro.

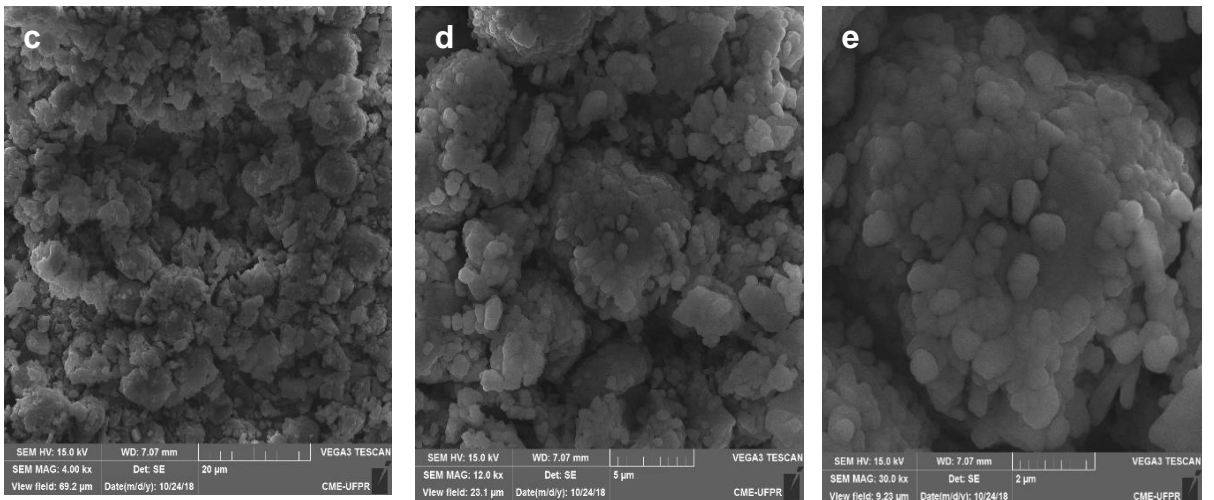


Figura 4 - Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra contendo magnésio.

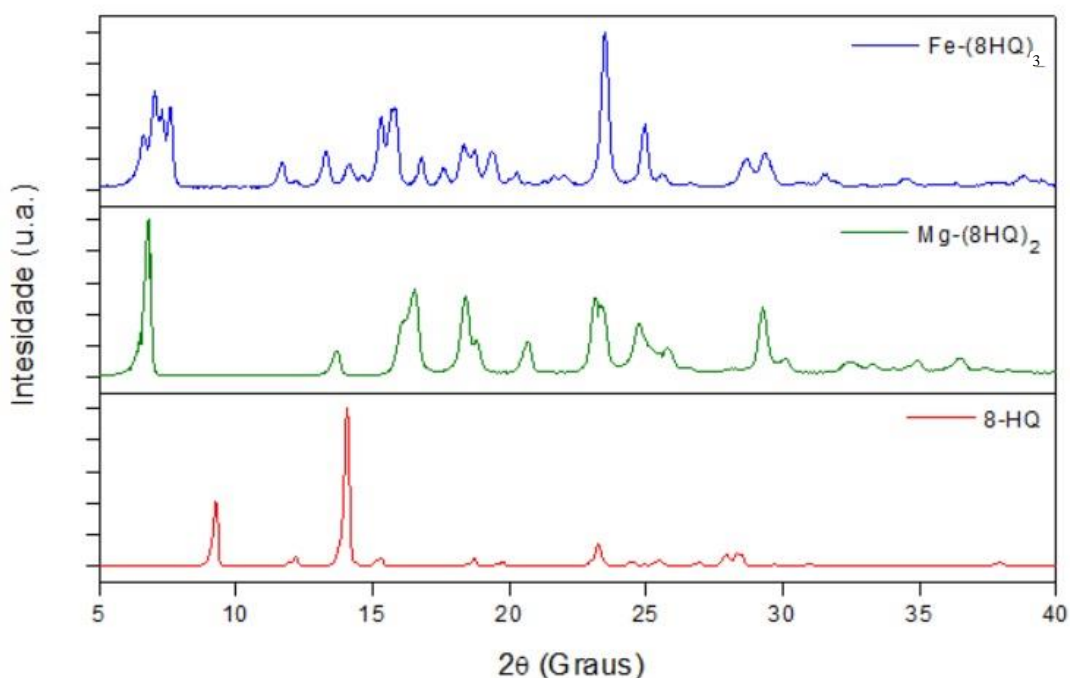
Ambas as morfologias apresentam forma pouco definida, uma espécie de aglomerado com vários tamanhos. Apesar disso podemos observar que o quelato de magnésio é maior que o quelato de ferro.

De acordo com (RETIZLAF, 2019.) o quelato de ferro possui uma forma indefinida e com aspecto de um aglomerado de vários tamanhos.

## 6.2 Difratomia de Raios X (DRX)

Os difratogramas obtidos para a 8-HQ e os quelatos sintetizados estão representados na figura abaixo.

Figura 5 - Difratomogramas das amostras 8-HQ, Fe-8HQ e Mg-8HQ.



Fonte: Autoria própria (2019).

Comparando os difratogramas da 8-HQ com o dos complexos sintetizados, pode-se perceber que houve formação do quelato. Pois houve desaparecimento de alguns picos e aparecimento de outros.

O primeiro pico da 8-HQ pura está localizado no ângulo de 9,3° (2θ), no difratograma dos quelatos é possível observar que este primeiro pico foi deslocado e ocorre em um ângulo menor.

A mudança causada na formação do primeiro pico é característico nos complexos metálicos com a 8-HQ e são observados em outros trabalhos com diferentes metais (RETIZLAF, 2019).

Não foi possível encontrar nenhuma uma carta cristalográfica para esses

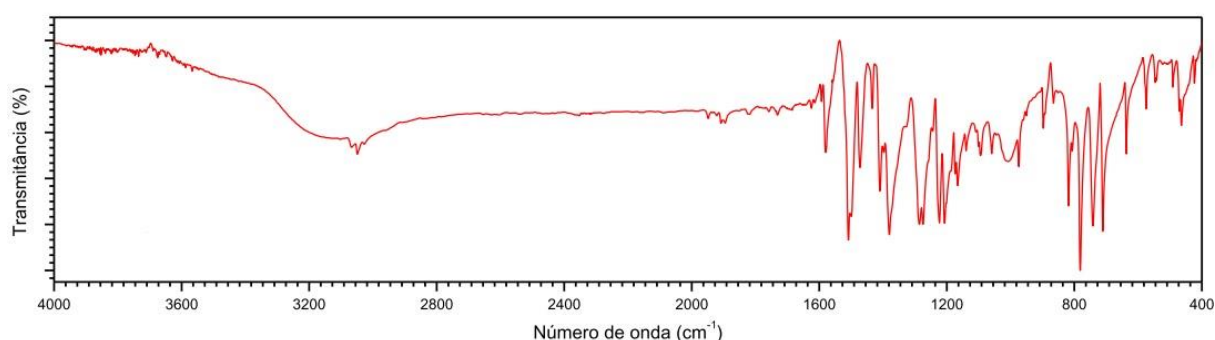


quelatos. Porém quando se compara o difratograma dos quelatos com o da 8-HQ fica evidente a formação do quelato. Podendo assim afirmar que ocorreu a formação de ambos os quelatos metálico.

### 6.3 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO (FTIR)

A figura 6 apresenta os espectros na região do infravermelho para o quelante 8-HQ e para os quelatos de ferro e magnésio.

Figura 6 - FTIR do quelante 8HQ.



Fonte: (GEMELLI, 2019)

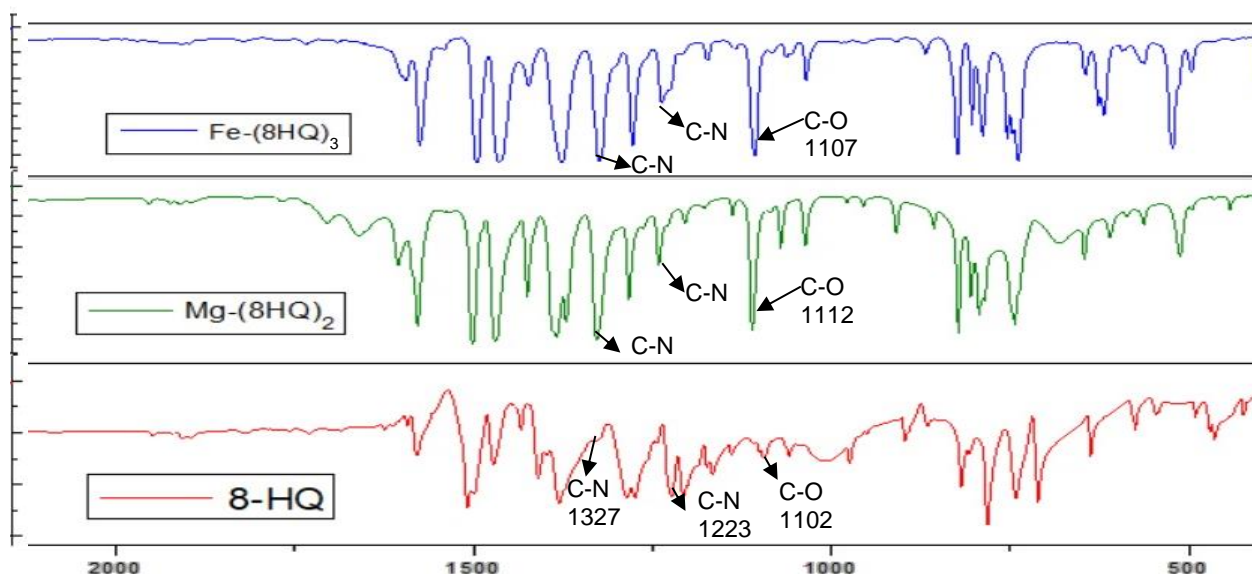
A deformação axial da ligação O-H pode ser vista em  $3500\text{ cm}^{-1}$ . Entre o intervalo de  $2000\text{--}1280\text{ cm}^{-1}$  é aferido a vibração C-N, a ligação C-C, C-H do anel aromático. A região entre  $1280\text{--}1180$  está associado a vibração C-O e C-N. Entre  $1180\text{--}600$  representa a vibração das ligações C-H, O-H, C-C. E a última região, compreendida entre  $600\text{--}400$ , está associado a vibração do oxigênio e nitrogênio (FONSECA, et al., 1996).

No espectro da 8-HQ a região em  $1102\text{ cm}^{-1}$  representa a deformação axial do C-O e em  $1327$  e  $1223\text{ cm}^{-1}$  demonstra a do C-N. (GEMELLI, 2019). Na região de  $2900$  a  $3100\text{ cm}^{-1}$  tem a deformação axial da ligação C-H no anel aromático.

Em  $1600\text{ cm}^{-1}$  refere-se à vibração da ligação C-C (LI e LI, 2009). A vibração da ligação C-N encontra-se em  $1625\text{ cm}^{-1}$  (RAJASEKARAN, et al., 2010.).

Os espectros da 8-HQ e de seus quelatos apresentam, de modo geral, algumas semelhanças (MAGEE e GORDON (1963). Um exame mais detalhado pode mostrar o desaparecimento e/ou surgimento de algumas bandas que não são encontradas na 8-HQ pura. Esta observação pode ser reportada a quelação da 8-HQ com os íons metálicos (RETIZLAF, 2019).

**Figura 7-** FTIR obtidos dos complexos Fe-(HQ)<sub>2</sub>, Mg(HQ)<sub>2</sub> e da 8-HQ



Fonte: Autoria própria (2019)

Quando se trabalha com a 8-HQ como agente quelante, o intervalo onde mais ocorre mudanças significativas nos espectros é entre 1700-400. (RETIZLAF, 2019).

Ao comparar os espectros da 8-HQ com dos quelatos metálicos. A interação do oxigênio e do nitrogênio com o centro metálico, nota-se a estabilidade do composto (GEMELLI, 2019).

Pode-se notar um aumento na intensidade da banda de C-O, que se dá pela ligação, (M-O), do oxigênio com o metal (MAGEE e GORDON, 1963). Essas alterações indicam que a distribuição eletrônica na molécula é afetada pela quelação (SHABAKA, et al., 1990)

Observa-se o aumento do sinal das ligações C-N, o que demonstra a ligação do metal com nitrogênio (RETIZLAF, 2019).

Geralmente os espectros dos quelatos são semelhantes entre si com algumas diferenças consideráveis que caracterizam o metal ligante (MAGEE e GORDON, 1963)

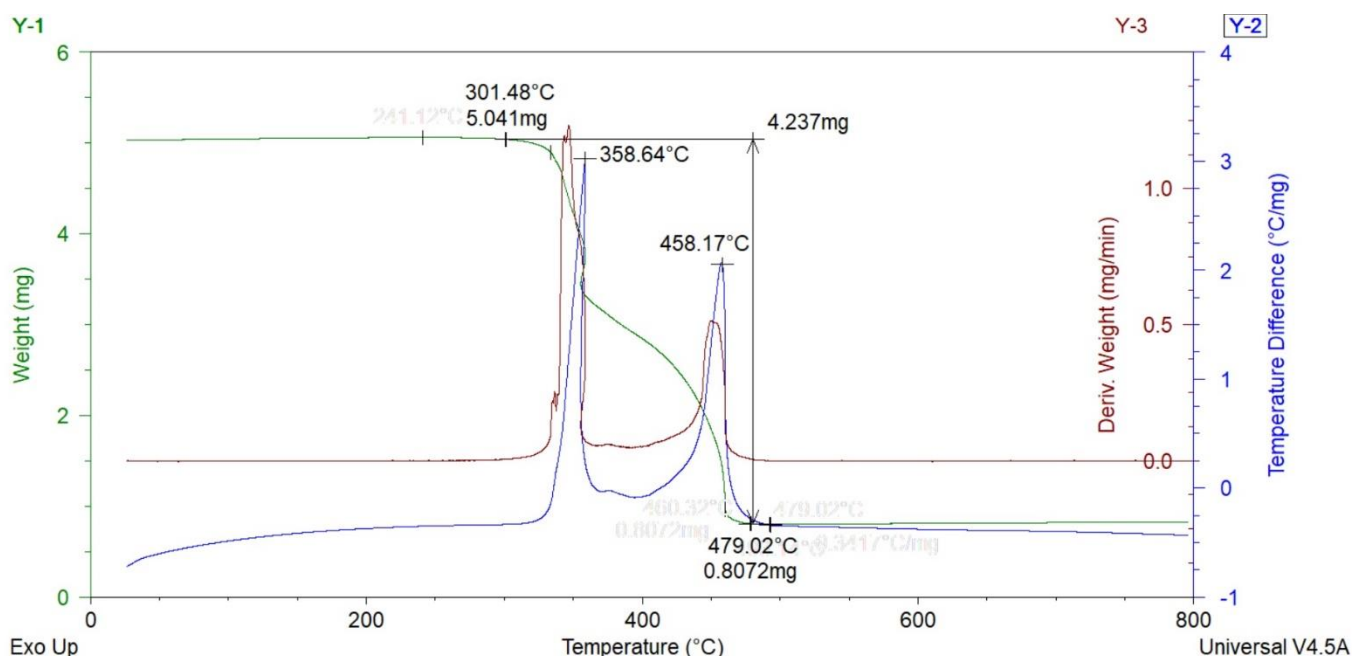
Quando se troca o metal pode se observar também uma mudança na posição do sinal dada a massa relativa dos átomos; constante de força das ligações; geometria dos átomos. Átomos mais leves vibram em frequências maiores que átomos mais pesados (PAVIA et al., 2010).

## 6.5 Análise Térmica

O estudo do comportamento térmico foi feito em atmosfera oxidante em três razões de aquecimento 5, 10 e 20 °C min<sup>-1</sup> e em atmosfera de nitrogênio com razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>.

Pode-se observar na figura 8 uma etapa de perda de massa entre 301,48 e 479,02 °C, que está relacionada a perda de matéria orgânica de 4,237 mg. Entre 302,15 e 470,27 °C observa-se duas etapas de perda de massa consecutivas. Que pode ser atribuída à decomposição oxidativa do composto anidro, com picos exotérmicos na curva DTA em 358,64 e 458,17 °C.

Figura 8- Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ)<sub>3</sub> à 5 °C min<sup>-1</sup> em ar.



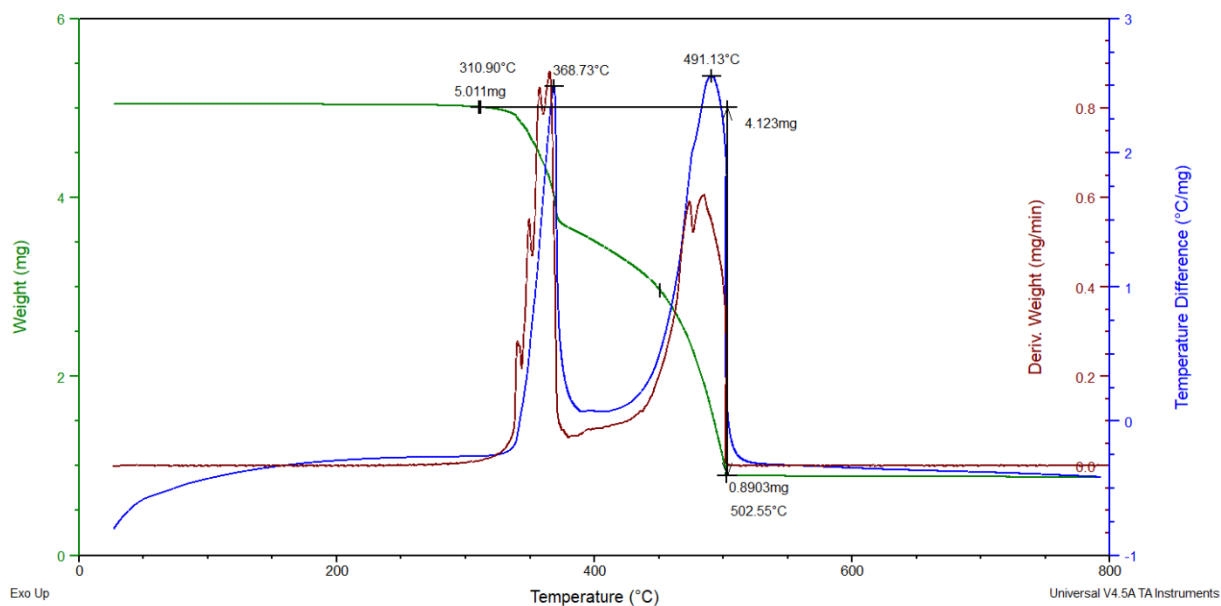
Fonte: Autoria própria (2019).

A figura 9 apresenta as curvas TGA, DTG e DTA para amostra sintetizada Fe(8HQ)<sub>2</sub> analisada com razão de aquecimento de 10 °C min<sup>-1</sup> em atmosfera de ar sintético.

Pode-se observar na figura 9 uma etapa de perda de massa entre 310,90 e 502,33 °C, que está relacionada a perda de matéria orgânica de 4,123 mg.

Observa-se na curva DTA dois picos exotérmicos em 368,73 e 491,13 °C. Como são etapas consecutivas será tratada como uma única etapa que se refere a decomposição oxidativa do composto anidro.

Figura 9 - Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ)<sub>3</sub> a 10 °C min<sup>-1</sup> em ar.

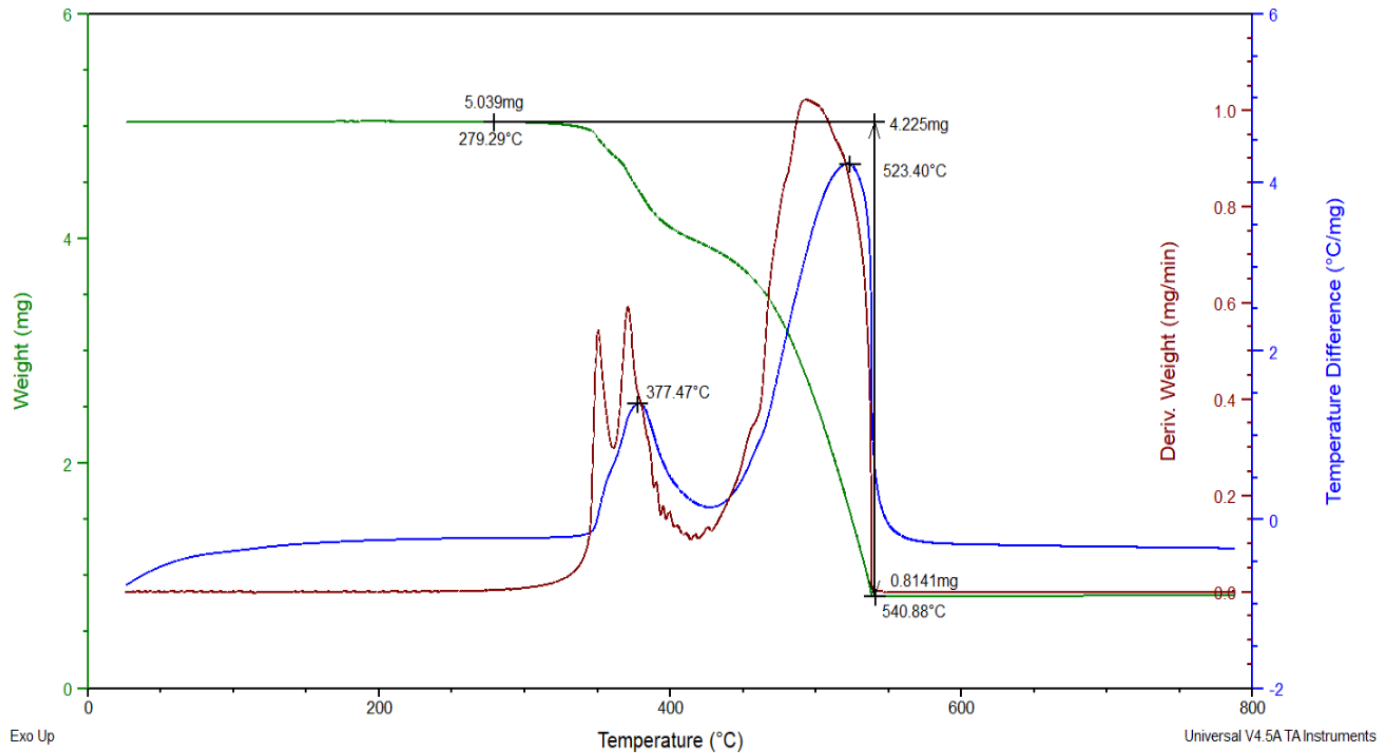


Fonte: Autoria própria (2019).

A figura 10 apresenta as curvas TGA, DTG e DTA para amostra sintetizada Fe(8HQ)<sub>2</sub> analisada com razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup> em atmosfera de ar sintético.

Pode-se observar uma perda de matéria orgânica na faixa entre 279,29 e 540,88 °C. A qual corresponde a 4,123 mg.

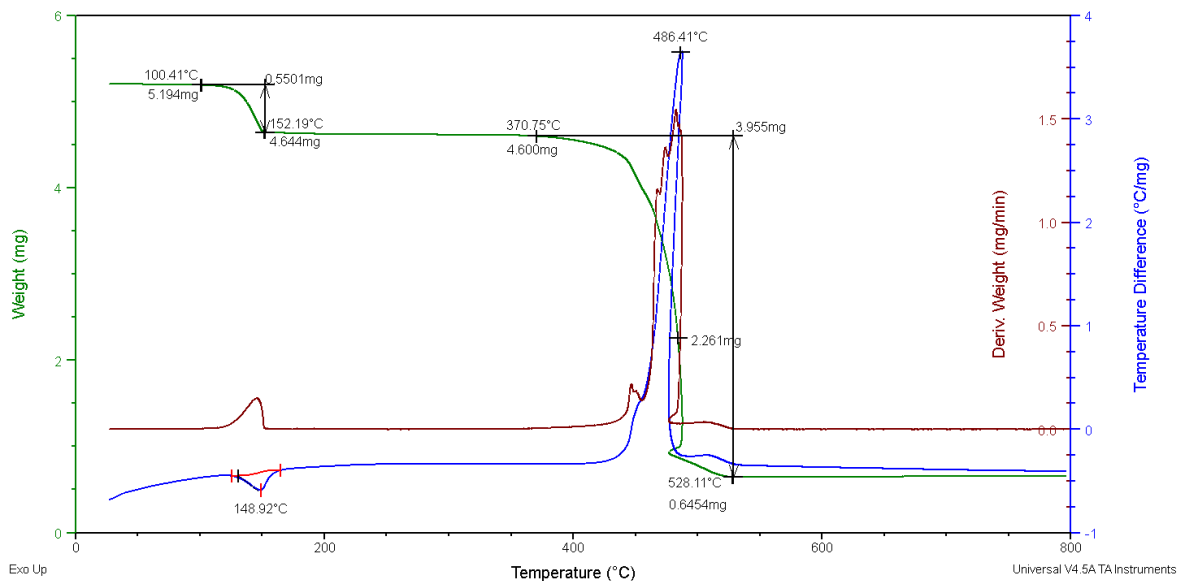
Figura 10 - Comportamento térmico da amostra Fe-(8HQ)<sub>2</sub> a 20 °C min<sup>-1</sup> em ar



Fonte: Autoria própria (2019).

A figura 11 apresenta as curvas TGA, DTG e DTA para amostra sintetizada Mg(8HQ)<sub>2</sub> analisada com razão de aquecimento de 5 °C min<sup>-1</sup> em atmosfera de ar sintético.

Figura 11 - Comportamento térmico da amostra Mg-(8HQ)<sub>2</sub> a 5 °C min<sup>-1</sup> em ar



Fonte: Autoria própria (2019).

Observa-se uma perda de massa de 0,5501 mg ou 10,59% na faixa de 100,41 à 153,19 °C que é atribuída a perda de água.

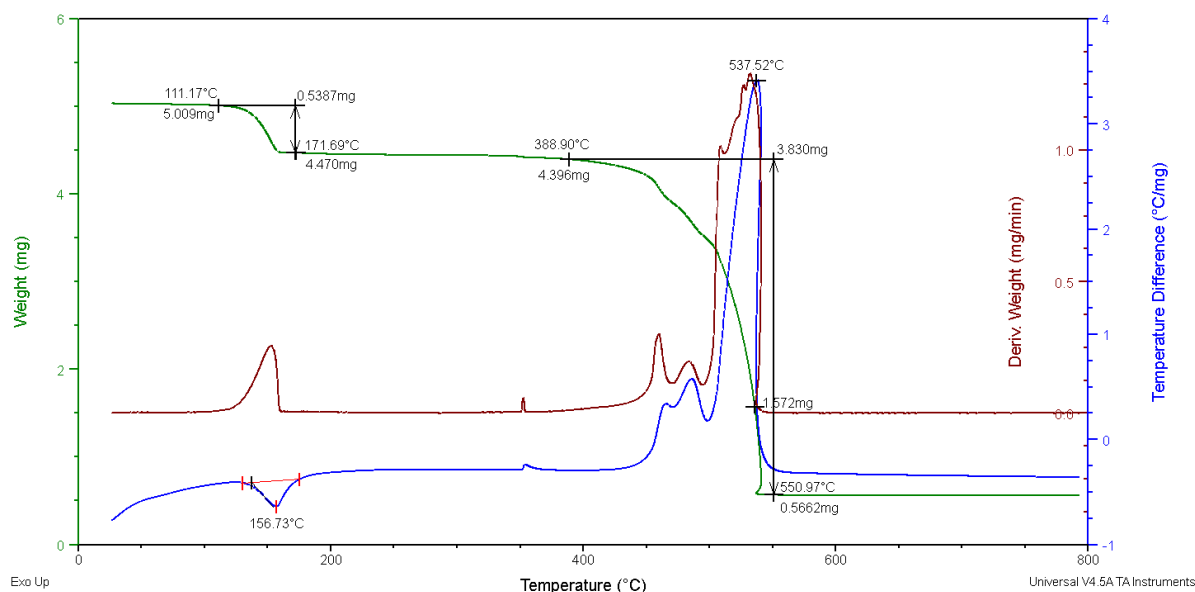
O pico endotérmico na curva DTA em 148,92 °C é atribuído à desidratação do quelato.

A faixa entre 370,75 e 528,11 °C corresponde a perda de matéria orgânica, totalizando 3,955 mg ou 76,16%.

O pico em 486,41 °C caracteriza a decomposição oxidativa em 486,41 °C, com perda de 2,261 mg que corresponde 49,15%.

A figura 12 apresenta as curvas TGA, DTG e DTA para amostra sintetizada  $\text{Mg}(\text{8HQ})_2$  analisada com razão de aquecimento de  $10\text{ °C min}^{-1}$  em atmosfera de ar sintético.

Figura 12 - Comportamento térmico da amostra  $\text{Mg}(\text{8HQ})_2$  a  $10\text{ °C min}^{-1}$  em ar



Fonte: Autoria Própria (2019).

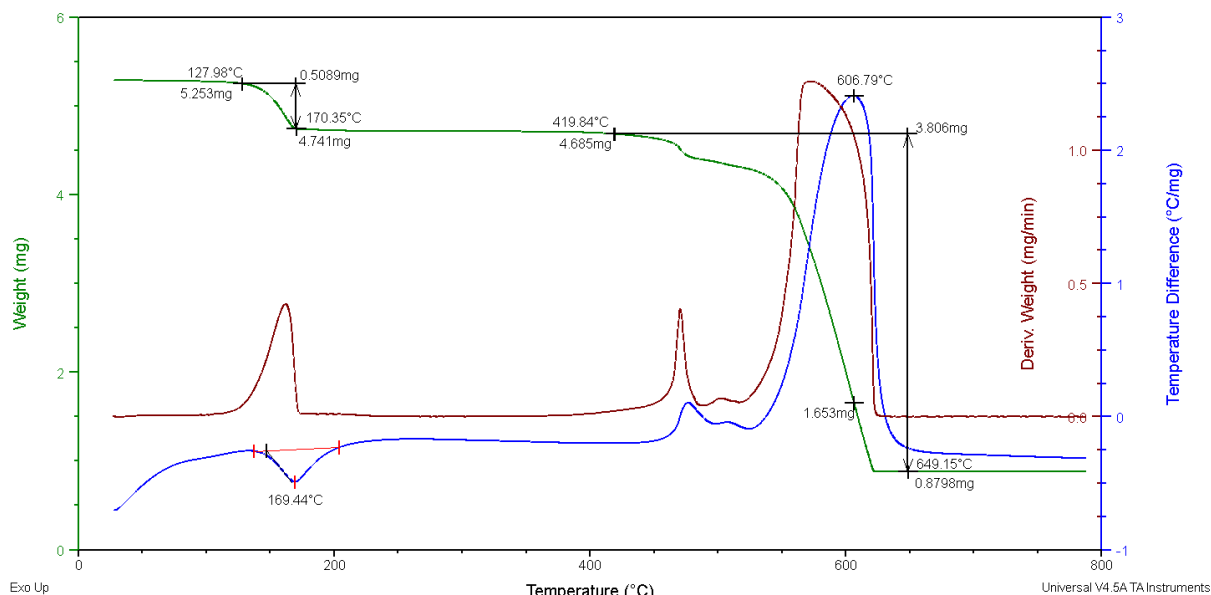
Observa-se uma perda de massa de 0,5387 mg ou 10,75% na faixa de 111,17 à 171,69 °C que é atribuída a perda de água com pico endotérmico na curva DTA em 156,73 °C.

A faixa entre 388,90 e 550,97 °C corresponde a perda de matéria orgânica, totalizando 3,830 mg ou 76,46%.

O pico em 537,52 °C caracteriza a decomposição oxidativa, com perda de 1,572 mg que corresponde 31,38%.

A figura 13 apresenta as curvas TGA, DTG e DTA para amostra sintetizada  $\text{Mg}(\text{8HQ})_2$  analisada com razão de aquecimento de  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  em atmosfera de ar sintético.

Figura 13 - Comportamento térmico da amostra  $\text{Mg}(\text{8HQ})_2$  a  $20\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  em ar



Fonte: Autoria Própria (2019).

Na faixa entre  $127,98$  e  $170,35\text{ }^\circ\text{C}$  nota-se a perda de massa de  $0,5089\text{ mg}$  ou  $9,69\%$ , que é atribuída a perda de água com pico endotérmico na curva DTA em  $169,44\text{ }^\circ\text{C}$ .

A perda de massa nas entre os pontos  $419,84$  e  $649,15\text{ }^\circ\text{C}$  corresponde a perda de matéria orgânica, totalizando  $3,806\text{ mg}$  ou  $72,45\%$ .

O pico em  $606,79\text{ }^\circ\text{C}$  caracteriza a decomposição oxidativa, com perda de  $1,653\text{ mg}$  que corresponde  $31,46\%$ .

Nas amostras contendo ferro não foi observado o pico associado a saída de água, o que indica ser um composto anidro. Diferente das amostras contendo magnésio, onde, todas apresentaram o pico característico a desidratação.

Observa-se um deslocamento nos picos de desidratação, para temperaturas maiores, à medida que se aumenta a taxa de aquecimento.

Por meio de cálculos foi possível determinar a quantidade de água presente no quelato de magnésio sendo igual a dois.

Tabela 3 - Dados das curvas TGA/DTG e DTA (Ar sintético)

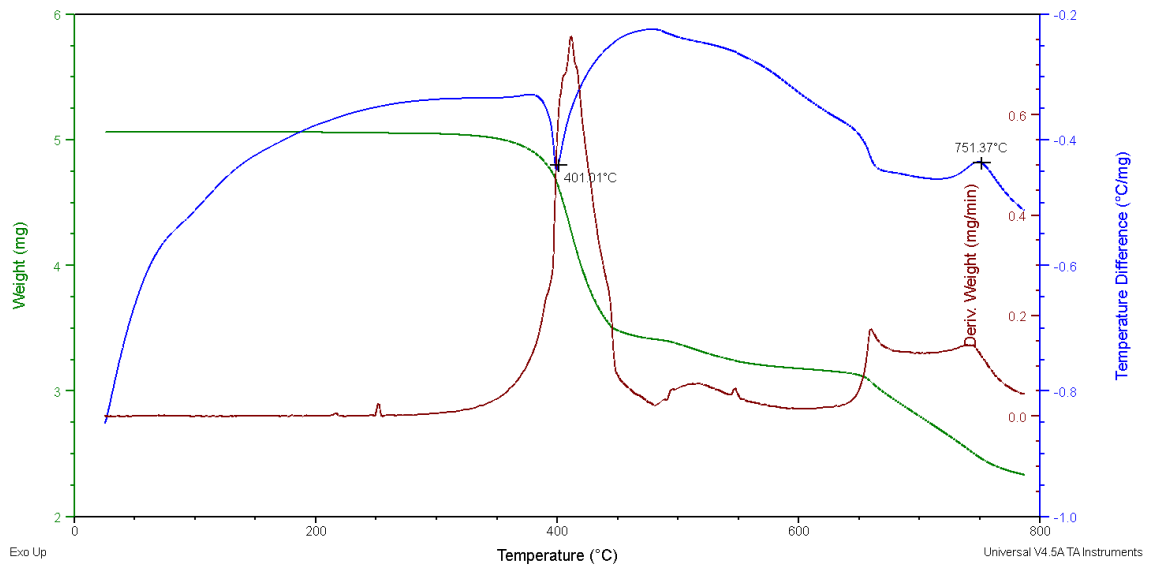
Amostra	Razão de Aquecimento	Massa inicial (mg)	TG $\Delta m$ (mg)	T°C	DTA	
					Endo (°C)	Exo (°C)
Fe	5 °C min <sup>-1</sup>	5,041	---	---	----	
			---	---	----	358,64
			-4,2338	301,48-79,02	----	458,17
	10 °C min <sup>-1</sup>	5,011	---	---	----	---
			----		----	368,73
			-4,120	310,90-02,55	----	491,3
20 °C min <sup>-1</sup>	5,039	---	---	---	---	
		---	---	---	377,47	
		-4,2249	279,29-540,8	---	523,40	
Mg	5 °C min <sup>-1</sup>	5,194	-0,55	100,4-52,19	148,92	---
			-0,0441	152,19-70,75		
			-4,5486	370,75-58,11		486,41
	10 °C min <sup>-1</sup>	5,009	-0,539	111,17-71,69	156,73	---
			-0,074	171,69-88,90	---	
			-4,4428	388,90-50,97	---	537,52
20 °C min <sup>-1</sup>	5,253	-0,512	127,98-70,35	169,44		
		-0,056	170,35-19,84	---	---	
		-4,3732	419,84-49,15	----	606,79	

Fonte: Autoria própria (2019)

As Figura 14 e Figura 15 apresentam as curvas TGA e DTA para amostras de Fe(8-HQ)<sub>3</sub> e Mg(8-HQ)<sub>2</sub> submetidas a análise térmica na razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup> e sob atmosfera de nitrogênio.

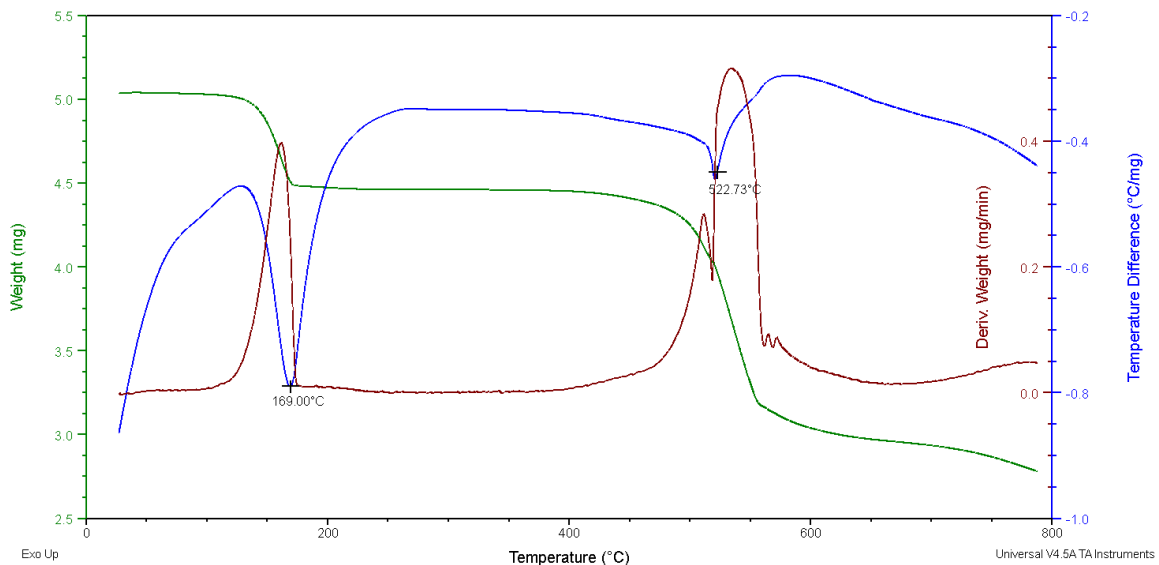


Figura 14 - Comportamento térmico do quelato Fe-(8-HQ)<sub>2</sub> à 20 °C min<sup>-1</sup> em N<sub>2</sub>



Fonte: Autoria própria.

Figura 15 - Comportamento térmico do quelato Mg-(8HQ)<sub>2</sub> à 20 °C min<sup>-1</sup> em N<sub>2</sub>



Fonte: Autoria própria.

Pode-se observar que sob atmosfera de nitrogênio não houve decomposição completa da amostra, até a temperatura estipulada. Houve um comportamento térmico diferente em virtude da mudança de atmosfera.

Na figura 14 é possível observar um pico endotérmico em 401,01 °C que pode ser relacionado a fusão do material. O pico exotérmico observado em 751,37 °C está

relacionado a decomposição oxidativa do composto.

Na figura 15 observa-se na curva DTA um pico endotérmico em 169,00 °C que é relacionado a perda de água do quelato de magnésio. Em 522,73 °C tem-se um pico endotérmico que pode ser relacionado a fusão do quelato.

## 7. Conclusão

A precipitação química se mostrou eficiente na síntese dos quelatos de ferro e magnésio, sendo confirmada pelas diferentes técnicas de caracterização, MEV, DRX, FTIR e Análise Térmica.

O estudo da decomposição térmica revelou que os quelatos reagem de forma diferente em razão da atmosfera e da taxa de aquecimento. É possível observar que na TG e na DTA que com o aumento da taxa de aquecimento, as temperaturas iniciais e finais tendem a aumentar. A diminuição da razão de aquecimento do forno provoca uma diminuição das temperaturas aparentes das reações de decomposição.

Este estudo rendeu informações importantes sobre os quelatos e seu comportamento térmico.

A geometria proposta tanto para o quelato de  $\text{Fe}^{+3}$  e  $\text{Mg}^{+2}$  é a octaedro.

As ferritas, tem sido motivo de muito estudo em função das suas propriedades eletrônicas, ópticas, magnéticas e boa estabilidade química e térmica. Quelatos de 8-hidroxiquinolinatos com magnésio podem ser aplicados na degradação fotocatalítica de corantes.

Devido a isso como sugestão de trabalhos futuros indica-se, condição de decomposição e aquecimento em relação a cristalinidade dos óxidos, planejamento fatorial da influência tempo x temperatura e influência da alteração pH e/ou temperatura no quelato e óxido final.

## REFERÊNCIA

ALMEIDA, E. S.; EIRAS, S. D. E. P. Avaliação do emprego de 8-hidroxiquinolina e mistura homogênea dos solventes água-etanol-clorofórmio para a determinação de íons  $Al^{3+}$ . **Horizonte Científico**, v. 3, n. 2, p. 1–15, 2009.

FARIAS, Robson Fernandes de (org.). **Química de Coordenação: fundamentos e atualidades**. 2. ed. Campinas: Átomo, 2009. , p. 19-22, 26-31.

FAVERO, Tiago. **Processo de Obtenção e Caracterização de ZnO Por Decomposição Térmica de 8-Hidroxiquinolinatos**. 2018. 100f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos. Área do conhecimento: Química de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, PR, 2018.

GEMELLI, Jefferson Cristiano. **Síntese e Caracterização de Quelatos de Cádmio e Cobre com 8-Hidroxiquinolina**, 2019.

HOFFMANN, R; BEIER, B. F; MUETTERTIES, E. L; ROSSI, A. R. Seven-Coordination. A Molecular Orbital Exploration of Structure, Stereochemistry, and Reaction Dynamics. **American Chemical Society**, v. 16, n. 3, p. 511–522, 1977.

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de análise instrumental**. 6º ed. São Paulo: Bookman, 2009.

IONASHIRO, M. **Giolito: Fundamentos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial/ Calorimetria Exploratória Diferencial**. São Paulo: Giz Editora, 2005.

JONES, Chris J. **A química dos elementos dos blocos d e f**. 1. ed. Porto Alegre: Editora Bookman, 2002.

Juiz S, Leles M, Caires A, Boralle N, Ionashiro M. Thermal decomposition of the magnesium, zinc, lead and niobium chelates derived from 8-quinolinol  
**Journal of Thermal Analysis** (1997) 50(4) 625-632

LEE, J. D. Grupo 16 - Calcogênios. **Química Inorgânica não tão concisa**, p. 281–283, 2000.

LI, H.; LI Y. **Synthesis Of Highly Luminescent Cobalt(II)-Bis(8-Hydroxyquinoline) Nanosheets As Isomeric Aromatic Amine Probes†**. *Nanoscale*, 1, 128–132, This journal is © The Royal Society of Chemistry 2009.

Li H, Zhang F, Wang Y, et al. See more Synthesis and characterization of tris-(8-hydroxyquinoline) aluminum. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology** (2003) 100(1) 40-46.

MAGEE, R. J.; GORDON, LOUIS. **The Infrared Spectra Of Chelate Compounds-I A Tudy Of Some Metal Chelate Compounds Of 8-Hydroxyquinoline In The**

**Region 625 To 5000  $\text{Cm}^{-1}$** . Talanta, Vol. 10. pp. 851 to 859. Pergamon Press Ltd. Printed in Northern Ireland, 1963.

Magnésio - **Laboratório Virtual de Química**. Disponível em: <[http://www2.fc.unesp.br/lvq/LVQ\\_tabela/012\\_magnesio.html](http://www2.fc.unesp.br/lvq/LVQ_tabela/012_magnesio.html)>. Acesso em: 11/5/2018.

NAKAMOTO, KAZUO. **Infrared Spectra Of Inorganic And Coordination Compounds**. 2 ed. New York:, Wiley, 1963.

PAVIA, Donald L.; LAMPMAN, Gary M.; KRIZ, George S.; VYVYAN, James R. **Introdução à Espectroscopia**. 4. ed. São Paulo: Editora Cengage Learning, 2010.

PIERRE, J.-; BARET, P.; SERRATRICE, G. Hydroxyquinolines as Iron Chelators. **Current Medicinal Chemistry**, v. 10, n. 12, p. 1077–1084, 2003. Disponível em: <<http://www.eurekaselect.com/openurl/content.php?genre=article&issn=0929-8673&volume=10&issue=12&page=1077>>. Acesso em: 7/4/2018.

PINTO, Cristian de Souza. **Processo de obtenção, caracterização e aplicação em fotocatalise heterogênea dos compósitos MgO-CeO<sub>2</sub> e ZnO-CeO<sub>2</sub>**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos (Área de Concentração: Química de Materiais), Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2018

RAJASEKARAN, M.; ANBUSRINIVASAN, P.; MOJUMDAR, S. C.; **Growth, Spectral And Thermal Characterization Of 8-Hydroxyquinoline**. J Therm Anal Calorim, 100:827–830, 2010.

RETIZLAF, A. **Obtenção De Ferrita De Cobalto Pelo Processo De Síntese E Decomposição Térmica De 8-Hidroxiquinolinatos**. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos-PPGPT) Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR, Pato Branco, 2019.

RUSSELL, J. B. **Química Geral**, 2. ed. v. I. , 1994.

SHABAKA, A. A.; FADLY, M.; EL GHADOOR, M.A.; **IR Spectroscopic Study Of Some Oxine Transition Metal Complexes**. Journal Of Materials Science. 2193-2198, 1990.

SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W. **Química Inorgânica**. , p. 808, 2003.

VOGEL, Arthur I.. **Análise Química Quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2002.