

Estudos por FTIR e TGA-IR dos Complexos Sólidos Extraídos de Soluções Aquosas de CMC e Pb²⁺.

Ana Lucia Ramalho Mercê (PQ)^{1*}, Ana Paula Franco (PG)¹, Judith Felcman (PQ)², Aurora Lopez Delgado (PQ)³

¹ LEQ-DQ (UFPR): <http://www.quimica.ufpr.br/~anamerce>, ² DQ - PUC-Rio, ³ CENIM-CESIC, Madrid, España.

Palavras Chave: carboximetilcelulose, Pb²⁺, complexos sólidos, FTIR, TGA-IR, remediação, biopolímeros, análise térmica.

Introdução

Felizmente nos últimos anos tem-se aumentado o interesse na utilização de biopolímeros na remediação ambiental de corpos aquáticos. Entre os materiais utilizados está a carboximetilcelulose (CMC) que reage quimicamente através de ligações entre os seus sítios básicos (-COO⁻ e -O⁻) com os íons metálicos, ácidos de Lewis, que estejam presentes em solução, propiciando a remediação de águas residuais de vários processos industriais. Pode-se observar várias vantagens na utilização de CMC como agente de complexação de íons metálicos frente aos métodos convencionais de remediação, tais como: atoxidez, baixo custo, fonte de obtenção natural e renovável, biodegradabilidade, capacidade de formar complexos e sua permanência no estado sólido, além de boa estabilidade térmica [1, 2]. O metal chumbo é produzido em larga escala e 55% do metal é utilizado nas baterias e acumuladores de chumbo/ácido, o restante está presente em placas, tubulações, soldas, tintas, vidros e cerâmicas. É bioacumulativo e altamente tóxico [3]. O presente estudo mostra os espectros de infravermelho (IR) e das características térmicas (FTIR e TGA – IR) dos complexos sólidos extraídos de soluções aquosas de CMC com íons Pb²⁺ em diferentes valores de pH.

Resultados e Discussão

Utilizou-se CMC comercial (Sigma, USA, DS ~ 1) de média viscosidade e Pb(NO₃)₂ (p.a. Merck, Alemanha), sendo sua concentração determinada por titulação com EDTA e indicador apropriado. As amostras foram extraídas de soluções aquosas (0,1 mmol) do biopolímero contendo o metal, na razão metal-ligante de 1:3, em variados valores, secas por 1 dia em estufa a 60 °C. Os espectros de IR foram obtidos (FTIR Spectrometer - MB 100, Bomem-USA), usando-se 1,00 % do complexo sólido em pastilha de KBR e varredura na faixa de 400-4000 cm⁻¹. As análises de TGA-IR (Shimadzu TGA-50H Japão), empregaram 30 mg das amostras sólidas em cadinhos cilíndricos de alumínio com diâmetro de 4 mm e altura de 2 mm. com as seguintes condições: sob atmosfera de Ar, de 20 °C a 900 °C, na razão de

3 °C min⁻¹ [2,4]. Os principais eventos térmicos foram: para a CMC pura, perda percentual m/m de 10%, entre 20 e 170°C, referente à água (evento endotérmico) e entre 170 a 296°C quebra de cadeia celulósica da CMC (exotérmico) e perda de massa de 44 %; e a partir de 296 a 900°C ocorre a degradação oxidativa do material (44% residual). Para o complexo metálico, observou-se: eventos nas faixas de temperatura de 20 a 165°C, referente a perda de água (endotérmico); 165 a 240°C, referente a modificações conformacionais; 240 a 445°C, outras modificações conformacionais com quebras de cadeia e, a partir de 445 °C, ocorre uma perda de massa associada a degradação oxidativa do material complexado (50% residual) [4]. Pode-se observar modificações das bandas de IR, tanto para as análises de FTIR quanto de TGA-IR, referentes à região de -OH (3600 e 3450 cm⁻¹) e de -COOH (1760, 1600 e 1450 cm⁻¹) as quais indicam a complexação dos íons metálicos com a CMC e sua permanência em estado sólido [1,2,4 e 5].

Conclusões

As análises de FTIR e TGA-IR do complexo sólido da CMC com o íon Pb²⁺, demonstraram comportamento espectroscópico e térmico modificado, quando comparados ao polímero puro. As modificações nas regiões características de OH e de COOH, e as diferenças tanto nas temperaturas das transições térmicas quanto nos eventos térmicos ocorridos, indicam que ocorreu a formação dos complexos CMCPb e que houve a manutenção no estado sólido dos complexos formados em solução.

Agradecimentos

CAPES e CNPq pelo suporte financeiro e PUC-Rio e CENIM – España pela realização dos ensaios analíticos.

¹ Zih-Peréni, K., et. al., Talanta, 47. **1998**, 673-679.

² Franco, A.P. and Mercê, A.L.R. Reactive & Functional Polymers, 66, 667–681(2006).

³ Lee, J.D., Concise Inorganic Chemistry. N.Y.: Chapman & Hall, Oxford, **1991**.

⁴ Mercê, A.L.R and Lombardi, S.C. Biores.Technol., v.89, 63-73 (2003).

⁵ Pawlak, A. and Mucha, M. *Thermochimica Acta*, 396, 153–166 (2003).