

PAINEL 27

Fusão Alcalina do ácido 8-sulfônico-quinolínico

Renata Mendes Leite

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UERJ

Roberto Ottoni Portela Couto

Orientador, Químico Industrial, BSc.

Peter Rudolf Seidl

Co-orientador, Químico, DSc.

1. INTRODUÇÃO

O presente estudo consiste na síntese de insumos orgânicos capazes de atuar como extratantes de diversos metais de forma seletiva e eficiente, gerando materiais de alto valor agregado e recuperando rejeitos industriais que contenham metais estratégicos.

A linha de pesquisa foi direcionada para a síntese de derivados da quinolina. Esses compostos são amplamente utilizados como reagentes analíticos quantitativos, sendo também, nas suas formas alquiladas utilizados na separação de metais por efeito complexante através dos processos de extração líquido-líquido.

Para sintetizar os compostos da classe dos 7-alkil-8-hidroxiquinolinas, há necessidade de seguir uma rota, passando pelos intermediários ácido sulfônico quinolínico e 8-hidroxiquinolina.

Neste trabalho são apresentados os resultados obtidos em experimentos referentes apenas à etapa de síntese da 8-hidroxiquinolina, a partir do ácido 8-sulfônico-quinolínico.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os espectros de absorção na região do infravermelho foram obtidos em espectrofotômetro Perkin-Elmer (Mod. 1600, SÉRIE FTIR), usando-se pastilhas de brometo de sódio anidro comprimidas (amostras sólidas).

A determinação do ponto de fusão foi realizada em uma unidade de ponto de fusão Quimis Q 340.21/3.

Os reagentes utilizados foram os seguintes: hidróxido de sódio em micropérolas (Vetec), ácido 8-sulfônico-quinolínico produzido no laboratório e caracterizado por métodos físicos.

3. METODOLOGIA

A fusão alcalina (1) foi realizada em reator pré-aquecido à temperatura de 300 - 320°C na proporção de 1 g de ácido 8-sulfônico quinolínico para 1,7 g de hidróxido de sódio. O ácido foi adicionado após completa fusão da soda, vagarosamente e sob vigorosa agitação, continuando o aquecimento por mais 15 min. Em seguida, verteu-se a mistura reacional resfriada em água deionizada, sendo acidificada com solução de ácido sulfúrico (1:1) até pH=3 e refluxada por 1 h.

Depois a mistura foi neutralizada com solução de hidróxido de sódio (10 N), ajustando-se o pH para 7,5 com adição de carbonato de sódio. Em seguida foi submetida à destilação atmosférica a 100°C, observando-se a formação de cristais de 8-hidroxiquinolina no destilado. Posteriormente os cristais foram filtrados sob pressão reduzida e secos em estufa durante 2 h a 60°C.

4. CONSIDERAÇÕES GERAIS

A 8-hidroxiquinolina é um composto resultante da fusão $\alpha\beta$ de um anel benzênico com um anel piridínico que apresenta um grupamento hidróxido no C-8, resultante da fusão alcalina do ácido 8-sulfônico-quinolínico. Sua síntese é típica da fusão de núcleo benzênico e apresenta a seguinte estequiometria:

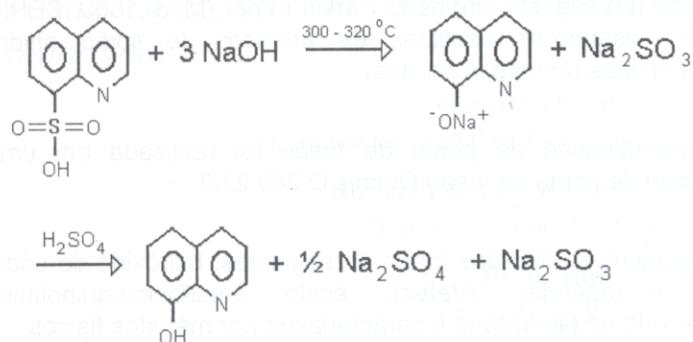
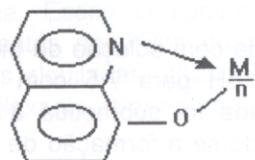


Figura 1 - Esquema da reação de obtenção da 8-hidroxiquinolina

A funcionalidade da 8-hidroxiquinolina está relacionada à formação de quelatos com diversos íons metálicos. Esses quelatos apresentam baixa solubilidade e são formados devido à localização espacial do grupamento hidroxil e ao par de elétrons isolado no átomo de nitrogênio, que favorecem a complexação dos íons.



Legenda :
M = Metal
n = Valência

Figura 2 - Sal Metálico de 8-hidroxiquinolina

5. RESULTADOS OBTIDOS

Seguem abaixo os resultados obtidos nos experimentos realizados sob diferentes condições.

Tabela 1 - Resultados obtidos nos experimentos

| Reações | Temperatura Média ($^{\circ}\text{C}$) | Ác 8 SQ (g) | 8 HQ (g) | Rendimento (%) |
|---------|--|-------------|----------|----------------|
| 1 | 300 | 10,5000 | 1,8622 | 25,50 |
| 2 | 300 | 10,5000 | 1,9960 | 27,40 |
| 3 | 295 | 21,0000 | 4,7064 | 32,50 |
| 4 | 320 | 13,3000 | 2,8100 | 30,40 |
| 5 | 310 | 17,0923 | 2,8954 | 24,40 |
| 6 | 310 | 45,0000 | 15,7930 | 50,51 |
| 7 | 305 | 45,0000 | 17,5887 | 56,28 |

Ác 8-SQ = ácido 8-sulfônico -quinolínico 8-HQ = 8 - hidroxi-quinolina

A observação da Tabela 1 permite verificar que houve um incremento no rendimento da reação, devido aos seguintes fatores, considerados relevantes:

- agitação vigorosa e contínua com o objetivo de homogeneizar efetivamente os reagentes e aumento da superfície de contato, já que o sistema é constituído pela soda em estado líquido e o ácido 8-sulfônico-quinolínico em estado sólido;
- controle da temperatura dentro do reator (faixa de temperatura $300 - 320^{\circ}\text{C}$);
- utilização de refluxo durante 1 h para evitar a perda da 8-hidroxiquinolina por sublimação.

Sendo a fusão alcalina uma importante etapa na rota sintética para obtenção da classe das 7-alkil-8-hidroxiquinolinas, a

otimização dessa etapa é vital para implementação do processo.

A utilização de um reator fechado possivelmente determinará melhores rendimentos, já que acredita-se que ocorra perda de produto por sublimação e possível oxidação desse em contato com o ar durante o processo.

6. CARACTERIZAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO

Para caracterizar e identificar a 8-hidroxiquinolina foram utilizadas as seguintes técnicas:

- (a) ensaios de solubilidade;
- (b) ponto de fusão;
- (c) espectrofotometria na região do infravermelho.

Inicialmente, procedeu-se aos ensaios de solubilidade utilizando-se os seguintes solventes: propanona, diclorometano, hexano, clorofórmio, água.

Observou-se que o produto obtido apresentou solubilidade em propanona, clorofórmio e diclorometano, o que está de acordo com a literatura.

Foi observado o ponto de fusão na faixa de 72 -74°C (liter. - PF: 73°C).

Amostras do produto isolado de todas as reações de fusão alcalina foram submetidas a espectrofotometria de absorção na região do infravermelho.

O espectro obtido de cada amostra foi comparado com o espectro de uma amostra padrão e interpretado em relação às suas bandas de absorção características.

7. CONCLUSÃO

Mediante a metodologia empregada, pode-se obter com sucesso a 8-hidroxiquinolina a partir do ácido 8-sulfoquinolínico, sendo esta caracterizada através de métodos físicos de análise que serviram como base para otimização do processo.

AGRADECIMENTOS

Ao CETEM pelo apoio da infra-estrutura de laboratório e equipamentos e ao RHAEC/CNPq pelo suporte financeiro dado a esta pesquisa.

BIBLIOGRAFIA

1. RANGNEKAR, D.W., and SUNTHANKAR, S.V., Technical preparation of 8-hidroxiquinoline. Indian Journal of Technology, V. 13, p. 460 - 461, 1974.
2. SILVA, R.B., CORREA, M.B., SOUZA, F.A.G. Síntese de extratantes de metais parte II: 7-alkil - 8-hidroxiquinolinas (Kelex). Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1992 (RT 2/92).
3. SADTLER. Espectros de infravermelho. 1970.
4. ALLINGER, N.L. Química orgânica. 2. ed., p. 703 - 705. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1978.