



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM FÍSICA

EMERSON MESQUITA GUIMARÃES

**CARACTERIZAÇÃO DO ÁCIDO ISOFTÁLICO ($C_8H_6O_4$) POR MEIO DE
ESPECTROSCOPIA RAMAN**

FORTALEZA

2026

EMERSON MESQUITA GUIMARÃES

CARACTERIZAÇÃO DO ÁCIDO ISOFTÁLICO ($C_8H_6O_4$) POR MEIO DE
ESPECTROSCOPIA RAMAN

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao Curso de Graduação em Física do Centro
de Ciências da Universidade Federal do Ceará,
como requisito parcial à obtenção do grau de
bacharel em Física.

Orientador: Prof. Dr. José Alves de Lima Junior

FORTALEZA

2026

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

G977c Guimaraes, Emerson Mesquita.
Caracterização do ácido isoftálico (C₈H₆O₄) por meio da espectroscopia Raman / Emerson Mesquita
Guimaraes. –2026.
42 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências,
Curso de Física, Fortaleza, 2026.
Orientação: Prof. Dr. José Alves de Lima Junior.

1. Ácido carboxílico. 2. Ácido isoftálico. 3. Espectroscopia Raman. 4. Cálculos DFT. 5. Modos
vibracionais. I. Título.

CDD 530

EMERSON MESQUITA GUIMARÃES

CARACTERIZAÇÃO DO ÁCIDO ISOFTÁLICO ($C_8H_6O_4$) POR MEIO DE
ESPECTROSCOPIA RAMAN

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao Curso de Graduação em Física do Centro
de Ciências da Universidade Federal do Ceará,
como requisito parcial à obtenção do grau de
bacharel em Física.

Aprovada em: 19 de Janeiro de 2026

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. José Alves de Lima Junior (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. César Rodrigues Fernandes
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Msc. Rômulo Sampaio da Silva
Universidade Federal do Ceará (UFC)

À minha família, que cuidou de mim e protegeu-me, quando eu não era capaz de fazê-lo. À minha avó, que não pôde ver isso acontecer, mas nunca duvidou que aconteceria.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José Alves de Lima Júnior por me orientar em meu Trabalho de Conclusão de Curso.

Ao Doutorando Rômulo Sampaio da Silva por guiar meu trabalho com sua experiência em laboratório.

À minha família, principal motivo pelo que eu acordo todo o dia, motivo de cada esforço feito ao longo, não apenas dessa graduação mas, da minha vida. Meus pais Sr. Milton e Sra. Mercê, agradeço pelo privilégio da vida.

À minha avó Dona Josefa que, Deus sabe o quão difícil foi sua caminhada, sempre incentivou a educação de todos os netos, mesmo que não a tenha tido, agora vejo que a senhora é a minha maior inspiração.

Aos meus colegas de laboratório, que acompanharam minha caminhada, em especial Lúcio Rafael e Hugo Marques, pelas colaborações no processo.

Ao técnico de laboratório, Dr. César Rodrigues Fernandes, por todo o auxílio, participação na banca e discussões animadas, sempre acompanhadas de muito café.

Aos meus colegas de graduação, em especial, minha amiga, Sybele Albuquerque, companheira de diversos trabalhos e listas de atividades.

À Pró-Reitoria de Assistência Estudantil, Universidade Federal do Ceará, Residência Universitária e todos os funcionários que tornam possível a formação de todos que por aqui passaram.

RESUMO

O ácido isoftálico ($C_8H_6O_4$) é um composto dicarboxílico aromático de grande importância industrial, especialmente na produção de polímeros, resinas e plastificantes. Este trabalho teve como objetivo caracterizar cristais de ácido isoftálico obtidos pelo método de evaporação lenta do solvente. A estrutura cristalina foi confirmada por difração de raios X em monocristal como monoclínica (grupo espacial $P2_1/c$). A análise térmica (TG/DSC) revelou alta estabilidade até aproximadamente 300°C , com um evento de fusão e decomposição próximo de 350°C . A espectroscopia Raman em condições ambientes, combinada com cálculos de teoria do funcional da densidade (DFT), permitiu a identificação dos modos vibracionais associados ao anel aromático, grupos carboxílicos e vibrações da rede cristalina. Observou-se uma excelente concordância entre os espectros experimentais e teóricos, confirmando a confiabilidade da abordagem computacional. Modos-chave foram identificados nas regiões de $0\text{--}300\text{ cm}^{-1}$ (modos de rede), $300\text{--}900\text{ cm}^{-1}$ (deformações e vibrações de anel), $1200\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ (estiramentos $C=O$, $C-O$ e $C-C$ acoplados às deformações OH), e $3000\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ (estiramentos $C-H$). Os resultados fornecem uma caracterização vibracional e térmica abrangente do ácido isoftálico, apoiando seu uso em aplicações de materiais avançados.

Palavras-chave: ácidos carboxílicos; ácido isoftálico; espectroscopia Raman; cálculos DFT; modos vibracionais; análise térmica; estrutura cristalina.

ABSTRACT

Isophthalic acid ($C_8H_6O_4$) is an aromatic dicarboxylic compound of great industrial importance, especially in the production of polymers, resins, and plasticizers. This work aimed to characterize isophthalic acid crystals obtained by the slow solvent evaporation method. The crystalline structure was confirmed by single-crystal X-ray diffraction as monoclinic (space group $P2_1/c$). Thermal analysis (TG/DSC) revealed high stability up to approximately 300°C , with a melting and decomposition event near 350°C . Raman spectroscopy under ambient conditions, combined with density functional theory (DFT) calculations, allowed the identification of vibrational modes associated with the aromatic ring, carboxylic groups, and lattice vibrations. An excellent agreement was observed between experimental and theoretical spectra, confirming the reliability of the computational approach. Key modes were identified in the regions of $0\text{--}300\text{ cm}^{-1}$ (lattice modes), $300\text{--}900\text{ cm}^{-1}$ (ring deformations and breathing), $1200\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ ($\text{C}=\text{O}$, $\text{C}-\text{O}$, and $\text{C}-\text{C}$ stretches coupled to OH deformations), and $3000\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ ($\text{C}-\text{H}$ stretches). The results provide a comprehensive vibrational and thermal characterization of isophthalic acid, supporting its use in advanced material applications.

Keywords: carboxylic acids; isophthalic acid; Raman spectroscopy; DFT calculations; vibrational modes; thermal analysis; crystal structure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura química do ácido isoftálico ($C_8H_6O_4$), formada por um anel aromático ligado a duas carboxilas.	14
Figura 2 – Parâmetros de rede: arestas (a, b e c) e ângulos (α, β e γ).	16
Figura 3 – Modos normais de vibração, são classificados em dois tipos básicos de movimento: estiramento (<i>stretching</i>) e dobramento (<i>bending</i>).	18
Figura 4 – Uma reflexão de Bragg para um conjunto particular de planos de rede, separados por uma distância d . Raios incidentes e refletidos são mostrados para dois planos vizinhos. A diferença de caminho é $2d \sin \theta$	20
Figura 5 – Mecanismos de espalhamento: espalhamento Stokes, espalhamento Rayleigh, espalhamento anti-Stokes.	21
Figura 6 – Método de obtenção de cristais por meio da evaporação lenta do solvente.	23
Figura 7 – Difrátômetro de raios-X de monocristal D8 Advance da Bruker.	25
Figura 8 – Espectrômetro Witec Alpha 300R	25
Figura 9 – Espectrômetro T64000, usado para a obtenção dos espectros no intervalo de 15 a 3200 cm^{-1}	26
Figura 10 – Cristal de ácido isoftálico obtido através do método de evaporação lenta.	27
Figura 11 – Curvas DSC e TG do ácido isoftálico.	29
Figura 12 – Espectros Raman calculado e experimental do ácido isoftálico em condições ambiente.	30
Figura 13 – Espectros Raman obtidos no cristal e no pó.	31
Figura 14 – Espectro no intervalo espectral 0 e 300 cm^{-1}	33
Figura 15 – Espectro no intervalo espectral 300 e 900 cm^{-1}	35
Figura 16 – Espectro no intervalo espectral 900 e 1200 cm^{-1}	36
Figura 17 – Espectro no intervalo espectral 1200 e 1800 cm^{-1}	38
Figura 18 – Espectro no intervalo espectral 3000 e 3200 cm^{-1}	39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Tipos de redes divididos nas 7 configurações de sistemas cristalinos e seus parâmetros de rede.	17
Tabela 2 – Dados cristalográficos do ácido isoftálico.	28
Tabela 3 – Identificação dos modos de vibração do ácido isoftálico na região 0 - 300 cm^{-1}	32
Tabela 4 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 300 - 900 cm^{-1}	34
Tabela 5 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 900 - 1200 cm^{-1}	35
Tabela 6 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 1200 - 1800 cm^{-1}	37
Tabela 7 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 3000 - 3200 cm^{-1}	38

LISTA DE SÍMBOLOS

\AA	Distância atômica
α	Polarizabilidade
\mathbf{E}	Vetor campo elétrico
ν	Estiramento
ν_s	Estiramento simétrico
ν_a	Estiramento antissimétrico
γ	Deformação fora do plano
δ	Deformação no plano
δ_s	Deformação do tipo <i>scissoring</i>
τ	Deformação do tipo <i>twisting</i>
ρ	Deformação do tipo <i>rocking</i>
ω	Deformação do tipo <i>wagging</i>
λ	Comprimento de onda

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	13
2.1	Ácidos carboxílicos e dicarboxílicos	13
2.2	Ácido isoftálico	14
2.3	Estruturas cristalinas	15
2.3.1	<i>Rede de Bravais</i>	16
2.4	Vibrações	17
2.5	Difração de Raios X	19
2.6	Espectroscopia Raman	20
2.7	Cálculos computacionais	22
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	23
3.1	Cristalização	23
3.1.1	<i>Evaporação lenta do solvente</i>	23
3.2	Confirmação da estrutura por difratometria de raios X	24
3.3	Experimento com Espectroscopia Raman	25
4	RESULTADOS	27
4.1	Confirmação da Estrutura Cristalina	27
4.2	Análise térmica	28
4.3	Cálculos computacionais	29
4.4	Análise da Espectroscopia Raman	30
4.4.1	<i>Região entre 0 e 300 cm⁻¹</i>	31
4.4.2	<i>Região entre 300 e 900 cm⁻¹</i>	33
4.4.3	<i>Região entre 900 e 1200 cm⁻¹</i>	35
4.4.4	<i>Região entre 1200 e 1800 cm⁻¹</i>	36
4.4.5	<i>Região entre 3000 e 3200 cm⁻¹</i>	38
5	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	40
	REFERÊNCIAS	41

1 INTRODUÇÃO

O estudo e a caracterização de materiais orgânicos e inorgânicos têm desempenhado um papel fundamental no avanço da ciência dos materiais, especialmente no desenvolvimento de novas aplicações tecnológicas e na compreensão das propriedades estruturais e espectroscópicas das substâncias (Canevarolo, 2006, p. 2). Entre os diversos compostos de interesse, o ácido isoftálico (ácido benzeno-1,3-dicarboxílico) se destaca por sua relevância na indústria de polímeros e produção de resinas (Melo, 2013, p. 4).

Para compreender de forma aprofundada as propriedades estruturais e vibracionais do ácido isoftálico, a espectroscopia Raman se apresenta como uma técnica analítica poderosa. Baseada na dispersão inelástica da luz, essa técnica fornece informações detalhadas sobre os modos vibracionais das moléculas, permitindo a identificação de grupos funcionais e a análise de interações intermoleculares no estado sólido, especialmente quando se trata de compostos cristalinos (Sala, 2008, p. 14).

A obtenção de cristais de qualidade é essencial para uma caracterização Raman precisa. Neste trabalho, os cristais de ácido isoftálico foram obtidos por meio da técnica de evaporação lenta de solvente, um método simples e eficaz que permite o crescimento de cristais bem formados e adequados para análise espectroscópica. A lenta evaporação promove um ambiente controlado no qual as moléculas se organizam de maneira ordenada, favorecendo a formação de estruturas cristalinas estáveis (Silva, 2022, p. 10).

Dessa forma, esta monografia tem como objetivo principal caracterizar o ácido isoftálico utilizando a espectroscopia Raman, correlacionando os espectros obtidos com suas propriedades vibracionais e estruturais. Também foram realizados cálculos computacionais, baseados na Teoria Funcional da Densidade (DFT), que auxiliaram na interpretação do espectro. O trabalho contribui para o aprofundamento do conhecimento sobre esse composto e reforça a importância das técnicas espectroscópicas e de cristalização no estudo de materiais.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

De acordo com a definição Brønsted-Lowry, um ácido é uma espécie química que doa um próton e base é uma espécie que aceita um próton. Ácidos orgânicos seriam então, compostos orgânicos que possuem um grupo funcional ácido (Bruice, 2006, p. 32). Nessa seção, será apresentado então, o ácido isoftálico, um composto orgânico do grupo dos dicarboxílicos, material de estudo desse trabalho.

2.1 Ácidos carboxílicos e dicarboxílicos

Os ácidos carboxílicos são compostos orgânicos que possuem um grupo funcional carboxila, formados pela junção de um grupo funcional carbonila (C=O) com um grupo hidroxila (O-H), em sua composição. Tem fórmula química $-\text{COOH}$ ou $-\text{CO}_2\text{H}$. Bastante usados como base para a formação de outros compostos, esse grupo é de grande interesse para a química e a bioquímica. Quando uma estrutura é formada por duas carboxilas são chamados dicarboxílicos, por três, tricarboxílicos. Como ácidos, são doadores de prótons e são a espécie mais comum entre os ácidos orgânicos. Caracterizam-se por fazerem ligações fortes entre si e com moléculas de água, além de terem ponto de ebulição elevados. Os de baixa massa molecular são altamente solúveis em água, enquanto os de massa mais elevada tendem a ser mais solúveis em ésteres e álcoois, devido a característica da cadeia carbônica (Solomons *et al.*, 2009, p. 8).

A IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) é a organização que estabelece normas e convenções para a nomenclatura química, além de nomear oficialmente cada ácido carboxílico. Entretanto, muitas substâncias são conhecidas por nomes mais populares que, em geral, estão relacionados com sua origem natural, como, por exemplo, o ácido fórmico (ácido metanoico), que é assim conhecido pela derivação do latim da palavra formiga, já que esse ácido é encontrado nesses insetos (Solomons *et al.*, 2009, p. 8).

Como citado em parágrafos anteriores, os ácidos dicarboxílicos são formados por dois grupos de carboxilas, tendo fórmula molecular geral $\text{HOOC}-\text{R}-\text{COOH}$, onde "R" é uma cadeia carbônica que diferencia cada ácido. O ácido oxálico $(\text{COOH})_2$ é o mais simples dos ácidos dicarboxílicos, sendo formado apenas por um átomo de carbono que liga as duas carboxilas (Noonan; Savage, 1999, p. 5).

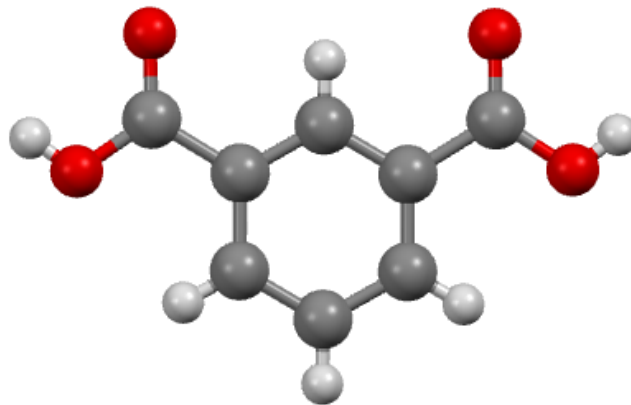
Devido às muitas potenciais aplicações dos ácidos dicarboxílicos, têm-se estudado bastante esses compostos, com interesses para a indústria têxtil, farmacêutica e alimentícia.

Na ciência, muito têm-se estudado em torno de combinações com outras substâncias, que quando combinadas com os dicarboxílicos podem gerar novas características e funcionalidades, formando sais ou cocristais (Sheehan, 2011, p. 3)(Noonan; Savage, 1999, p. 5).

2.2 Ácido isoftálico

O ácido isoftálico, também conhecido como ácido benzeno-1,3-dicarboxílico, é um composto orgânico pertencente à classe dos ácidos dicarboxílicos aromáticos. Sua fórmula molecular é $C_8H_6O_4$, e sua estrutura é composta por um anel benzênico ligado a dois grupos carboxila ($-COOH$) nas posições 1 e 3 do anel, o que caracteriza uma disposição meta dos grupos funcionais. A Figura 1 mostra a estrutura química do ácido.

Figura 1 – Estrutura química do ácido isoftálico ($C_8H_6O_4$), formada por um anel aromático ligado a duas carboxilas.



Fonte: produzida pelo autor.

A presença dos grupos carboxila confere ao composto caráter ácido e permite sua participação em diversas reações químicas, como a formação de ésteres, sais e amidas. O ácido isoftálico apresenta elevado ponto de fusão (aproximadamente $345\text{ }^{\circ}\text{C}$) (OECD, 2004, p. 1) e baixa solubilidade em água, embora seja solúvel em solventes orgânicos polares, como álcoois e cetonas (Parisa, 2023, p. 3).

Do ponto de vista estrutural, a rigidez do anel aromático e a simetria relativa da molécula conferem ao ácido isoftálico propriedades específicas que o tornam útil na indústria química, principalmente na produção de polímeros e materiais de alto desempenho. É ampla-

mente utilizado como monômero na síntese de resinas de poliéster insaturado, copolímeros de PET (polietileno tereftalato) e outras resinas termofixas, nas quais atua como agente modificador, proporcionando maior resistência térmica, química e mecânica aos materiais (Vieira, 2016, p. 4).

Além das aplicações industriais, o ácido isoftálico possui interesse científico. Estuda-se a capacidade desse ácido de formar cocristais e complexos com metais de transição, sendo investigado em áreas como cristalografia, nanotecnologia e química dos materiais. Sua estrutura dicarboxílica o torna também um modelo interessante para estudos de interação intermolecular por ligações de hidrogênio e formação de redes cristalinas (Ullmann, 2000, p. 4).

Em suma, o ácido isoftálico representa um composto de grande importância tanto do ponto de vista tecnológico quanto acadêmico, com destaque para seu uso na modificação de propriedades de materiais poliméricos e na pesquisa de novos materiais funcionais.

2.3 Estruturas cristalinas

Naturalmente, os materiais encontrados são compostos por átomos que podem ou não formar moléculas através de interações químicas. Por vezes, se tratam apenas de aglomerados de matéria, onde é difícil caracterizar o material apenas através dessas ligações, porém, na maioria dos casos se encontram elementos com posições bem definidas, seguindo um padrão ao longo de todo o material, o que é chamado de estrutura cristalina. Mais especificamente, para que um sólido seja considerado um cristal, é preciso que seus átomos estejam organizados de forma periódica, tridimensionalmente.

Identifica-se como célula unitária, uma pequena porção, que contém todos os parâmetros do material, de forma que é possível criar uma extensão infinita da mesma, preservando todas as características, a fim de replicar uma estrutura cristalina infinita e não ter nenhuma sobreposição de matéria ou espaços vazios. Dessa forma, o estudo de materiais cristalinos torna-se mais fácil do que o estudo de outros sólidos que não têm um padrão bem definido, já que com a repetição da estrutura é possível obter uma quantidade maior de dados. A Cristalografia é o ramo da ciência que faz o estudo das estruturas cristalinas, mas essas são de interesses de diversas áreas da ciência e da indústria.

A ideia da regularidade básica microscópica da matéria cristalina surge para explicar a regularidade macroscópica de cristais, mas essa hipótese seria confirmada experimentalmente apenas em 1913, quando W. Bragg e L-Bragg aplicaram raios X ao estudo de cristais e observaram a distribuição de átomos nos sólidos (Ashcroft, 2011, p. 69).

2.3.1 Rede de Bravais

De acordo com (Ashcroft, 2011, p. 70), são dadas duas definições equivalente para rede de Bravais:

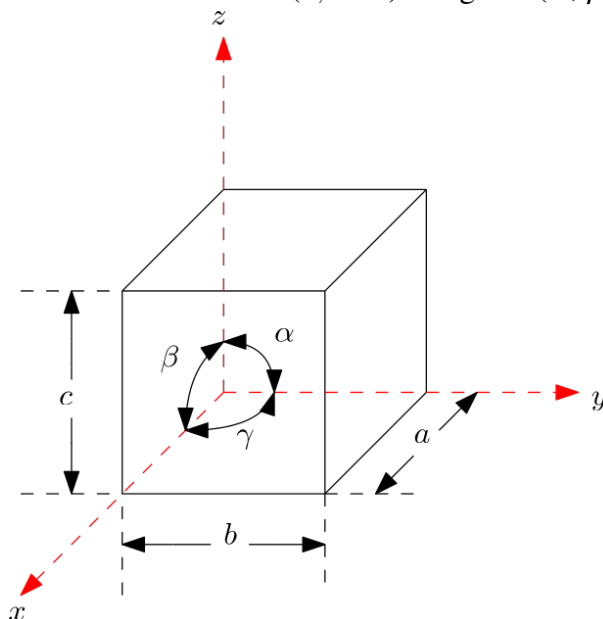
- (a) Uma rede de Bravais é um arranjo infinito de pontos dispostos e orientados de tal maneira que parece *exatamente* o mesmo, independente do ponto do qual a estrutura é observada.
- (b) Uma rede de Bravais (tridimensional) é o conjunto de todos os pontos, cujas posições são definidas pelos vetores \mathbf{R} , da forma

$$\mathbf{R} = n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 + n_3 \mathbf{a}_3$$

onde \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 e \mathbf{a}_3 são quaisquer três vetores não-coplanares, e n_1 , n_2 e n_3 são quaisquer números inteiros. Então, o ponto $\sum n_i \mathbf{a}_i$ é alcançado, movendo-se n_i passos de comprimento $|\mathbf{a}_i|$ na direção de \mathbf{a}_i , para $i = 1, 2$ e 3 .

Uma vez conhecida a definição de Rede de Bravais, tem-se o conceito de célula unitária, a qual é qualquer volume no espaço, que quando transladado pelos pontos da rede, preenche o espaço sem deixar sobreposições ou vazios na rede (Ashcroft, 2011, p. 70). No espaço tridimensional, a célula unitária pode ser representada geometricamente em termos de seis parâmetros de rede, no qual a , b e c são os comprimentos das arestas e α , β e γ são os ângulos entre as arestas do sólido que representa a célula unitária primitiva. Pela natureza da definição da célula unitária, a variação destes parâmetros produz inúmeras configurações, como mostra o esquema geométrico na Figura 2.

Figura 2 – Parâmetros de rede: arestas (a , b e c) e ângulos (α , β e γ).



Fonte: produzida pelo autor.

Apesar de que, com a mudança de parâmetros, seja possível obter uma infinidade de combinações, apenas 7 delas produzem todas as estruturas cristalinas conhecidas. A tabela 1 abaixo descreve essas combinações e seus parâmetros de rede.

Tabela 1 – Tipos de redes divididos nas 7 configurações de sistemas cristalinos e seus parâmetros de rede.

Configuração	Quantidade de redes	Parâmetros de rede
Triclínica	1	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma$
Monoclínica	2	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
Ortorrômbica	4	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	2	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Cúbica	3	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Trigonal	1	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \leq 120^\circ, \neq 90^\circ$
Hexagonal	1	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$

Fonte: produzida pelo autor.

2.4 Vibrações

Os movimentos vibracionais das moléculas estão, em grande parte, associados à superposição de vibrações mais simples. A identificação desses modos vibracionais é feita através de análise dos espectros da molécula e da simulação computacional. Cada uma dessas vibrações envolve o movimento dos átomos ao longo de suas ligações ou a deformação dos ângulos de ligação. Realiza-se então uma classificação baseada na geometria e na conformação das moléculas, utilizando coordenadas internas localizadas ao longo do comprimento das ligações e dos ângulos de ligação dos átomos dominantes. São observados dois movimentos básicos de vibração, o de estiramento (*stretching*) e o de dobramento ou deformação (*bending*).

Vibração de estiramento (*stretching*): É o tipo de movimento onde ocorre a aproximação e o afastamento periódico dos átomos, que pode ser:

- Estiramento simétrico (ν_s): os átomos se movem, em fase, para dentro e para fora do plano vertical.
- Estiramento anti-simétrico (ν_a): os átomos se movem, fora de fase, para dentro e para fora

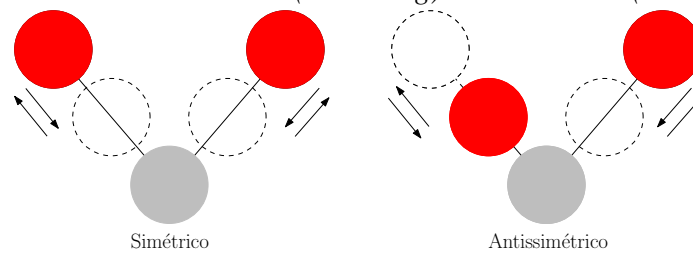
do plano vertical.

Vibração de dobramento ou deformação (*bending*): É o tipo de movimento onde ocorre a modificação do ângulo da ligação, esse tipo de vibração pode ser:

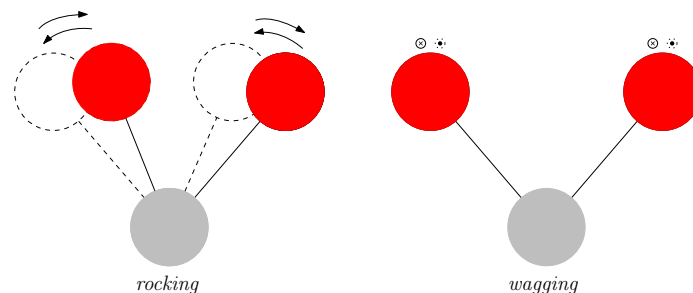
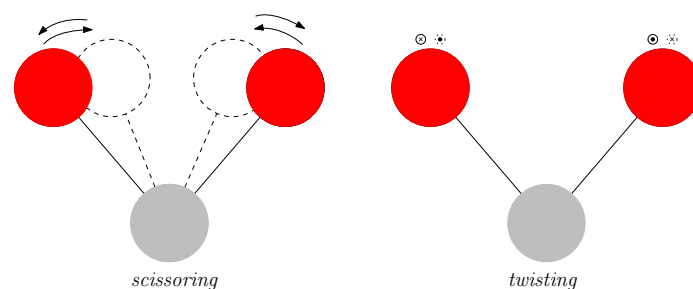
- Scissoring* (δ_s): Os átomos diminuem e aumentam o ângulo de ligação, em um movimento periódico, no plano, fora de fase;
- Twisting* (τ): Os átomos se movimentam, fora de fase, para dentro e fora do plano horizontal, sem que haja variação no ângulo de ligação;
- Rocking* (ρ): Os átomos oscilam, em um movimento periódico, em fase, no plano.
- Wagging* (ω): Os átomos se movimentam, em fase, para dentro e fora do plano horizontal, sem que haja variação no ângulo de ligação;

Para representar deformações angulares ou dobramentos (*bending*) fora do plano será usada a letra grega *gama* (γ) e para deformações no plano será usada a letra grega *delta* (δ). Já para estiramentos, será usada a letra *nu* (ν). A Figura 3 mostra essas vibrações.

Figura 3 – Modos normais de vibração, são classificados em dois tipos básicos de movimento: estiramento (*stretching*) e dobramento (*bending*).



a) Vibrações de estiramento



b) Vibrações de dobramento

Fonte: produzida pelo autor.

2.5 Difração de Raios X

Para a comprovação de que a matéria se arranja de forma ordenada nos cristais, faz-se necessário a confirmação experimental desse arranjo. Nesta seção será então apresentada a difração de Raios X.

Os raios X foram descobertos pelo físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen, em 1895, quando estudava a radiação de um fluxo de elétrons produzida por tubos catódicos, descoberta esta que lhe rendeu o Prêmio Nobel de Física de 1901, posteriormente tendo aplicação em larga escala, principalmente na radiografia. Já no início do século XX, o físico Max Von Laue realiza o primeiro diagrama de difração do Sulfeto de Cobre. Laue formulou uma teoria de difração de raios-X para estruturas tridimensionais.

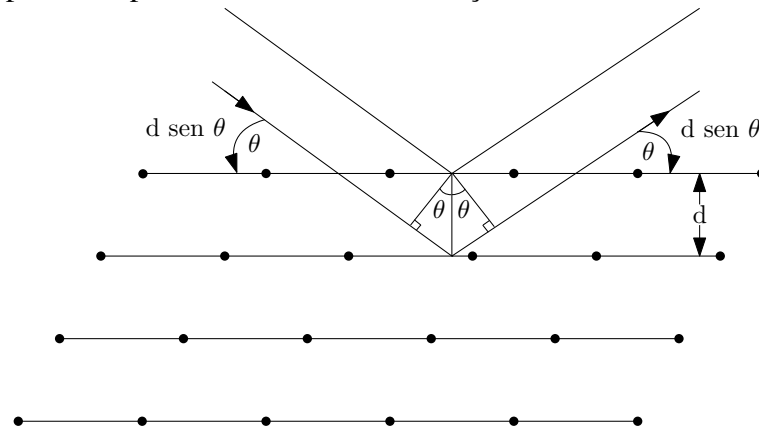
Em 1913, W. H. Bragg e W. L. Bragg obtiveram sucesso com padrões de reflexão de raios X em substâncias de forma macroscópica cristalina, observaram que essas substâncias produziam padrões característicos da radiação-X refletida muito diferentes daqueles produzidos pelos líquidos. Nesses materiais cristalinos, para comprimentos de onda e direções de incidência bem definidos, foram observados picos muito intensos da radiação espalhada (agora conhecidos como picos de Bragg).

De acordo com W. L. Bragg, para que esses picos ocorram os cristais devem ser feitos de planos difratores paralelos, espaçados um do outro por uma distância d . Além disso, as condições para o aparecimento de picos bem definidos na radiação espalhada são que os raios X devam ser refletidos especularmente pelos íons em qualquer plano, e que os raios refletidos oriundos de planos sucessivos devam interferir construtivamente. Na Figura 4, tem-se o esquema para a condição de Bragg, que é expressa matematicamente por:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Aqui n é inteiro e denominado ordem da reflexão. Para um feixe de raios X contendo uma faixa de diferentes comprimentos de onda podem ser observadas diferentes reflexões, não há apenas reflexões de alta ordem devido a um conjunto de planos, há diferentes formas de seccionar um cristal em planos e cada conjunto vai contribuir com suas reflexões em diferentes ordens (Ashcroft, 2011, p. 104).

Figura 4 – Uma reflexão de Bragg para um conjunto particular de planos de rede, separados por uma distância d . Raios incidentes e refletidos são mostrados para dois planos vizinhos. A diferença de caminho é $2d \sin \theta$.



Fonte: adaptado da referência (Ashcroft, 2011, p. 104).

Os experimentos de análise de cristais por meio de técnicas de difração de raios-X são realizados com a variação do ângulo θ , de modo a obter o padrão de difração do material. Quando a condição estabelecida pela lei de Bragg é satisfeita, ocorre a formação de um pico de intensidade da radiação difratada, indicando que, naquele ângulo, houve interferência construtiva. Por outro lado, quando ocorre interferência destrutiva, a intensidade difratada é mínima, não havendo a formação de picos no difratograma (Ashcroft, 2011, p. 104).

2.6 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman se baseia no fenômeno de espalhamento inelástico da luz, descoberto em 1928 pelo físico indiano Chandrasekhara Venkata Raman, o qual carrega o nome (efeito Raman). Tal descoberta concedeu ao cientista o Prêmio Nobel de Física no ano de 1930.

O efeito Raman, ou espalhamento Raman, surge pela dispersão inelástica de uma radiação eletromagnética incidente em uma molécula, onde os fótons a excitam levando-a de um estado vibracional a outro. Quando os elétrons decaem, podem emitir fótons de comprimento de onda diferentes do incidente. Essa atividade está ligada à variação do momento do dipolo induzido na molécula pelo campo elétrico da radiação incidente (Sala, 2008, p. 37).

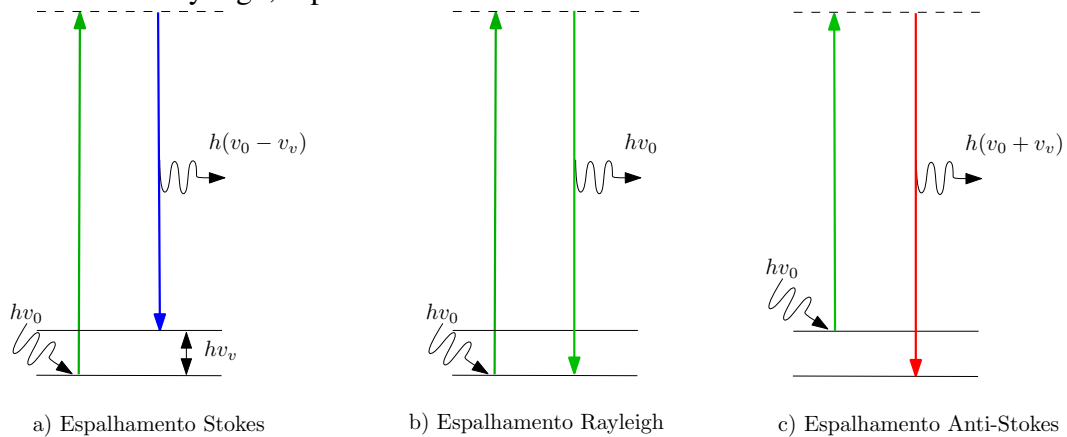
Quando os fótons interagem com a molécula, a excitam, levando-a a um estado virtual de excitação, ocorre o decaimento e a molécula vai a um estado de maior energia que o estado fundamental, esse espalhamento é chamado de espalhamento Raman Stokes, onde o fóton cede energia para a molécula e é espalhado com energia menor que a incidente.

Num outro caso, o fóton incide numa molécula em um nível de energia diferente

do estado fundamental e a leva para um estado de excitação virtual, na sequência, ocorre o decaimento para o estado fundamental, dessa forma, a energia de excitação da molécula é transferida para o fóton que se espalha com energia maior que a incidente. Esse espalhamento é chamado espalhamento Raman Anti-Stokes.

Quando ocorre o espalhamento totalmente elástico, o fóton interage com a molécula no estado fundamental, coloca-a num estado virtual excitado, na sequência, a mesma decai novamente para o estado fundamental e o fóton se espalha com a mesma energia da incidente, é o chamado espalhamento Rayleigh (espalhamento elástico). A Figura 5 mostra os tipos de espalhamento.

Figura 5 – Mecanismos de espalhamento: espalhamento Stokes, espalhamento Rayleigh, espalhamento anti-Stokes.



Fonte: produzida pelo autor.

No modelo clássico, o vetor momento de dipolo induzido pode ser escrito por

$$\mathbf{P} = \alpha \mathbf{E}$$

onde α é a polarizabilidade da molécula e \mathbf{E} é o vetor do campo elétrico da radiação incidente. Expandindo α em série de Taylor em função da coordenada interna q ,

$$\alpha = \alpha_0 + \left(\frac{d\alpha}{dq}\right)_0 q + \dots$$

aqui os termos de ordem mais alta são desprezados devido à pequena variação da coordenada q .

Sendo a coordenada q e o campo \mathbf{E} descritos por:

$$q = q_0 \cos(2\pi\nu_v t) \text{ e } \mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cos(2\pi\nu_0 t)$$

onde ν_v e ν_0 são as frequências vibracional e da radiação incidente, assim:

$$\mathbf{P} = \alpha_0 \mathbf{E}_0 \cos(2\pi \nu_0 t) + \left(\frac{d\alpha}{dq}\right)_0 q_0 \mathbf{E}_0 \cos(2\pi \nu_0 t) \cos(2\pi \nu_v t)$$

sendo que, $\cos(a)\cos(b) = \frac{1}{2}[\cos(a+b) + \cos(a-b)]$,

$$\mathbf{P} = \alpha_0 \mathbf{E}_0 \cos(2\pi \nu_0 t) + \frac{1}{2} \left(\frac{d\alpha}{dq}\right)_0 q_0 \mathbf{E}_0 \{ \cos[2\pi(\nu_0 + \nu_v)t] + \cos[2\pi(\nu_0 - \nu_v)t] \}$$

É perceptível que, no primeiro termo, têm-se apenas a presença da frequência da radiação incidente ν_0 , o que corresponde ao espalhamento Rayleigh (espalhamento elástico). No segundo termo, têm-se a presença de $(\nu_0 + \nu_v)$ que corresponde ao espalhamento Anti-Stokes e de $(\nu_0 - \nu_v)$ que corresponde ao espalhamento Stokes, para que este termo contribua é necessário que $\frac{d\alpha}{dq} \neq 0$, ou seja, a polarizabilidade deve variar com um pequeno deslocamento da coordenada q em torno da posição de equilíbrio (Sala, 2008, p. 37).

2.7 Cálculos computacionais

Para obter a caracterização completa do material e observar a movimentação dos átomos na estrutura, foram empregados cálculos computacionais com base na Teoria do Funcional da Densidade (DFT), usando condições de contorno periódicas com ondas planas, conforme implementado no código CASTEP (Clark *et al.*, 2005, p. 5). A Aproximação do Gradiente Generalizado (GGA) com o funcional de troca-correlação de Perdew-Burke-Ernzerhof (PBE) (Perdew *et al.*, 1996, p. 18) foi empregada, juntamente com a correção de dispersão proposta por Tkatchenko e Scheffler (TS) (Tkatchenko; Scheffler, 2009, p. 7).

Foram empregados pseudopotenciais de conservação de norma para descrever todos os átomos da estrutura cristalina. Nessa abordagem, os elétrons do núcleo são representados por um potencial efetivo suavizado, enquanto os elétrons de valência são tratados explicitamente nos cálculos de energia. Utilizou-se uma energia de corte para a base de ondas planas de 1100 eV. A otimização da estrutura cristalina, abrangendo tanto os parâmetros da célula unitária quanto as coordenadas atômicas, foi conduzida por meio do algoritmo BFGS (Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno) (Pfrommer *et al.*, 1997, p. 233), mantendo-se a simetria do cristal ao longo de todo o procedimento.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Na seção a seguir será descrito o processo de evaporação lenta, utilizado para a obtenção do cristal de ácido isoftálico. Também será discutida a técnica de espectroscopia Raman, bem como os equipamentos utilizados para a obtenção dos espectros por meio desta técnica.

3.1 Cristalização

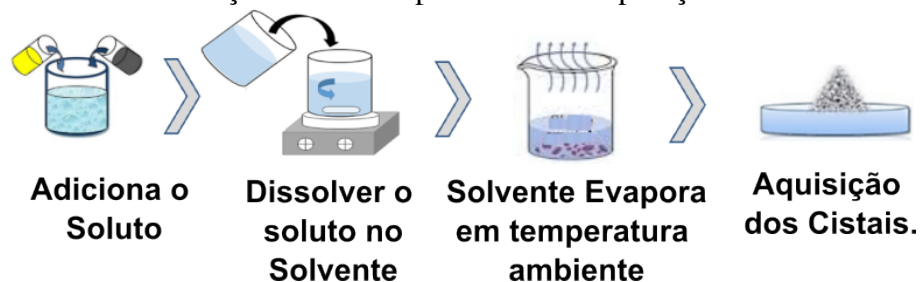
3.1.1 Evaporação lenta do solvente

O método de evaporação lenta do solvente é uma técnica amplamente utilizada para a obtenção de cristais bem formados. Inicialmente, o composto de interesse é dissolvido em um solvente apropriado, escolhido de modo a garantir boa solubilidade a uma determinada temperatura. A solução resultante deve ser homogênea e, se necessário, pode ser filtrada para remover impurezas ou partículas sólidas não dissolvidas.

Em seguida, a solução é deixada em repouso em um recipiente limpo, geralmente parcialmente aberto, para permitir que o solvente evapore de forma gradual em condições controladas de temperatura e pressão. À medida que a evaporação ocorre, a concentração do soluto na solução aumenta lentamente, levando o sistema a um estado de supersaturação. Nesse ponto, inicia-se a nucleação, seguida pelo crescimento ordenado dos cristais.

A evaporação lenta favorece a formação de cristais de maior tamanho e melhor qualidade, pois reduz a taxa de nucleação desordenada e permite que as unidades estruturais se organizem de maneira mais estável na rede cristalina. O processo pode levar de horas a dias, ou até semanas, dependendo da volatilidade do solvente, da concentração inicial e das condições ambientais. Ao final, os cristais formados são separados do solvente remanescente e secos para posterior caracterização. Veja a Figura 6.

Figura 6 – Método de obtenção de cristais por meio da evaporação lenta do solvente.



Fonte: produzida pelo autor.

Devido a baixa solubilidade do material e a dificuldade da formação de cristais, fez-se a preparação de duas soluções, em solventes que apresentavam maior solubilidade para o mesmo, utilizou-se então o processo de evaporação lenta, com dois solventes (separadamente em diferentes soluções), o metanol com solubilidade de 4g de ácido isoftálico para cada 100g de metanol a temperatura ambiente e outra solução com DMSO (Dimetilsulfóxido), com solubilidade de 0,53g de ácido para cada 5ml do solvente, a temperatura de 45°C.

Foi feita então a solução de 0,5g de ácido isoftálico em um béquer com 15,75ml de metanol, por meio de um agitador magnético, após 5 minutos de agitação, o soluto já havia se dissolvido totalmente na solução. Medido o pH da solução foram encontrados valores entre 4 e 5. Na sequência foi feita uma solução utilizando o DMSO como solvente, em 10 minutos o ácido havia sido completamente diluído na solução, a agitação foi feita pelo agitador magnético a temperatura de 45°, além disso o pH da solução medido foi 4.

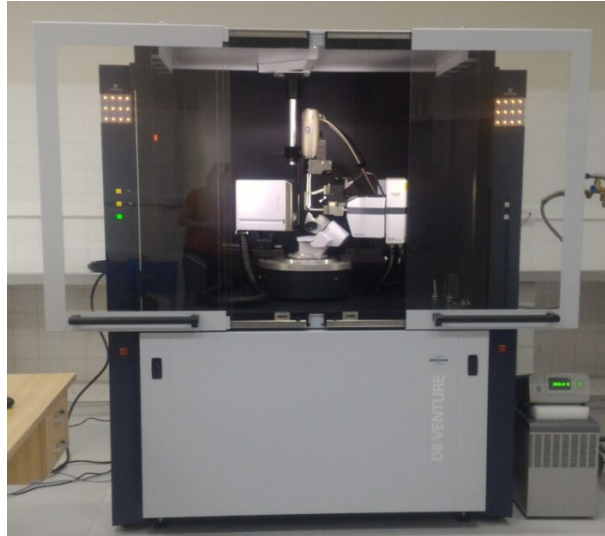
3.2 Confirmação da estrutura por difratometria de raios X

Uma amostra cristalina foi levada para realizar medidas de difração de raios-X em temperatura ambiente no Laboratório de Cristalografia Estrutural (LabCrEs) do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará (UFC).

A medida foi feita em um difratômetro modelo D8 Venture da Bruker equipado com uma fonte de molibdênio $K\alpha$ com comprimento de onda 0,71073 Å, mostrado na Figura 7. O software APEXII foi usado para a coleta de dados e a determinação da célula unitária.

A redução de dados foi executada pelo pacote Bruker SAINT. A estrutura foi resolvida usando o programa SHELX e refinada pelo método dos mínimos quadrados no programa SHELX dentro da interface gráfica do programa OLEX2. As representações da estrutura foram geradas utilizando o programa Vesta.

Figura 7 – Difratorômetro de raios-X de monocristal D8 Advance da Bruker.



Fonte: produzida pelo autor.

3.3 Experimento com Espectroscopia Raman

Os espectros Raman em temperatura ambiente foram obtidos no Laboratório de Espectroscopia Raman do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará, utilizando o espectrômetro Witec Alpha 300R, Figura 8, através de uma lente objetiva Nikon CFI Achromat (20x, NA = 0,25). O sistema é equipado com um espectrômetro UHTS 300 baseado em lentes, conectado por uma fibra óptica multimodo, e conta com um Dispositivo de Carga Acoplada (CCD) refrigerado termicamente e um CCD multiplicador de elétrons. Para essas medidas, foi utilizada uma grade de difração de 1800 linhas/mm. O sistema foi calibrado com o pico Raman característico do silício, observado em $520,7 \text{ cm}^{-1}$.

Figura 8 – Espectrômetro Witec Alpha 300R



Fonte: produzida pelo autor

Também foram realizados experimentos no Laboratório de Espectroscopia Vibracional, também pertencente ao Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará (UFC). Foi utilizado o espectrômetro T64000 da Horiba Jobin Yvon, com resolução de 2 cm^{-1} , equipado com um detector CCD (*Charge-Coupled Device*) resfriado a nitrogênio líquido. Uma lente de distância focal de 20,5 mm foi acoplada ao microscópio. Foi utilizado um laser de argônio modelo Coherent 70c, para a emissão de luz com comprimento de onda de 514,5 nm. A Figura 9 mostra o espectrômetro T64000, usado para obter os espectros na faixa de 15 a 3200 cm^{-1} .

Figura 9 – Espectrômetro T64000, usado para a obtenção dos espectros no intervalo de 15 a 3200 cm^{-1} .



Fonte: imagem do fabricante.

Foram utilizados os *softwares* LabEspec para a visualização e análise dos espectros, Fitky, para realizar aproximações com o intuito de diminuir os ruídos e facilitar a leitura dos resultados e Origin para transcrever os dados coletados em um gráfico de intensidade por número de onda.

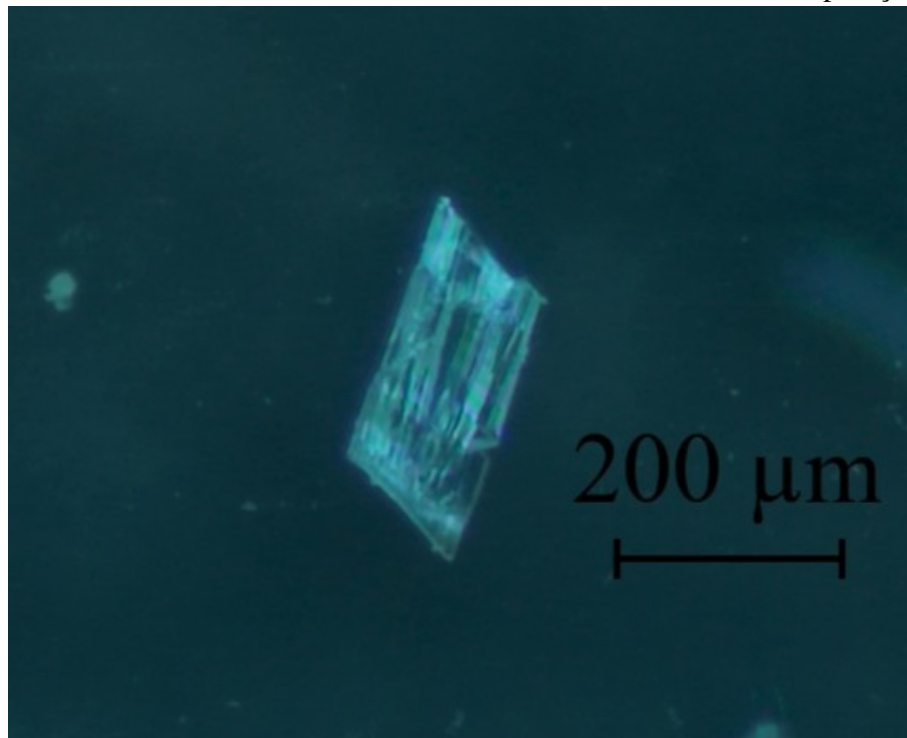
4 RESULTADOS

A seguir, serão apresentados os resultados obtidos durante o trabalho, fazendo uso de gráficos e figuras sempre que necessário, a fim de apresentá-los de forma clara e objetiva.

4.1 Confirmação da Estrutura Cristalina

Foram feitas duas soluções para a obtenção de cristais do ácido isoftálico, usando metanol e DMSO como solventes. Na solução que foi usada o DMSO não foi percebida a formação de cristais, já na amostra do metanol foi percebida a formação de pequenas estruturas cristalinas que foram levadas para realização de medidas de difração de raios X. Na Figura 10 temos uma amostra dessa estrutura.

Figura 10 – Cristal de ácido isoftálico obtido através do método de evaporação lenta.



Fonte: produzida pelo autor.

A estrutura do cristal foi confirmada como monoclinica e de grupo espacial $P2_1/c$, com os seguintes parâmetros de rede: $a = 3,7582 \text{ \AA}$, $b = 16,3646 \text{ \AA}$, $c = 11,7034 \text{ \AA}$ e $\beta = 90,303^\circ$. Os resultados obtidos foram compatíveis com a literatura e estão mostrados na Tabela 2 abaixo, juntamente aos parâmetros de rede obtidos em um outro trabalho com este ácido (Derissen, 1974, p. 1).

Tabela 2 – Dados cristalográficos do ácido isoftálico.

Parâmetro	J. L. Derissen	Difração obtida
a (Å)	3,7582	3,7582
b (Å)	16,3646	16,3646
c (Å)	11,7034	11,7934
β (°)	90,302	90,303

Fonte: produzida pelo autor.

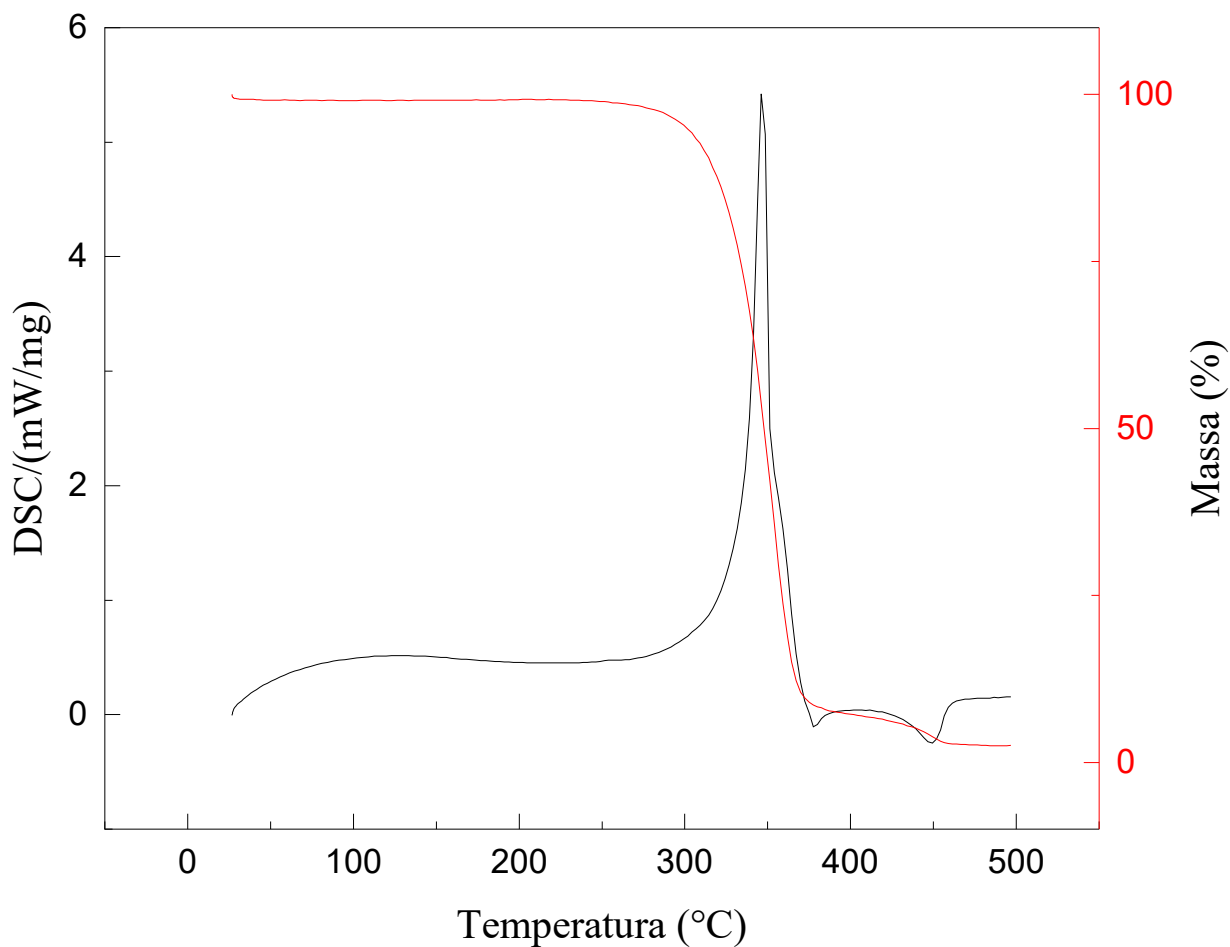
4.2 Análise térmica

Foi realizada uma análise termogravimétrica (TG), onde, na curva de TG do ácido isoftálico, registrada entre 25 e 500 °C, indica inicialmente estabilidade térmica até aproximadamente 300 °C, sem perda significativa de massa, o que evidencia a ausência de solvente residual ou água na amostra. A partir de cerca de 300–320 °C, observa-se o início da decomposição térmica, caracterizada por uma perda de massa acentuada. Esse evento está associado à degradação da estrutura orgânica do ácido isoftálico. Entre aproximadamente 320 e 450 °C, ocorre a principal etapa de perda de massa, correspondendo à decomposição quase completa do material. Acima de 450 °C, a curva tende à estabilização, indicando a decomposição total da amostra.

Na análise calorimétrica diferencial de varredura (DSC) a curva de DSC do ácido isoftálico apresenta, inicialmente, uma linha de base estável até cerca de 340–350 °C, indicando ausência de transições térmicas relevantes nessa faixa de temperatura.

Por volta de 345–350 °C, observa-se um pico intenso, atribuído ao processo de fusão do ácido isoftálico, o que condiz com o valor reportado para seu ponto de fusão. Esse evento confirma a natureza cristalina do material e sua elevada estabilidade térmica antes da fusão. Em temperaturas superiores ao ponto de fusão, surgem eventos térmicos associados à decomposição. Esses sinais estão relacionados à quebra das ligações químicas e à reorganização estrutural durante a degradação térmica do composto, relacionados com a perda de massa observada na curva de TG. A Figura 11 mostra as curvas DSC e TG do ácido isoftálico.

Figura 11 – Curvas DSC e TG do ácido isoftálico.

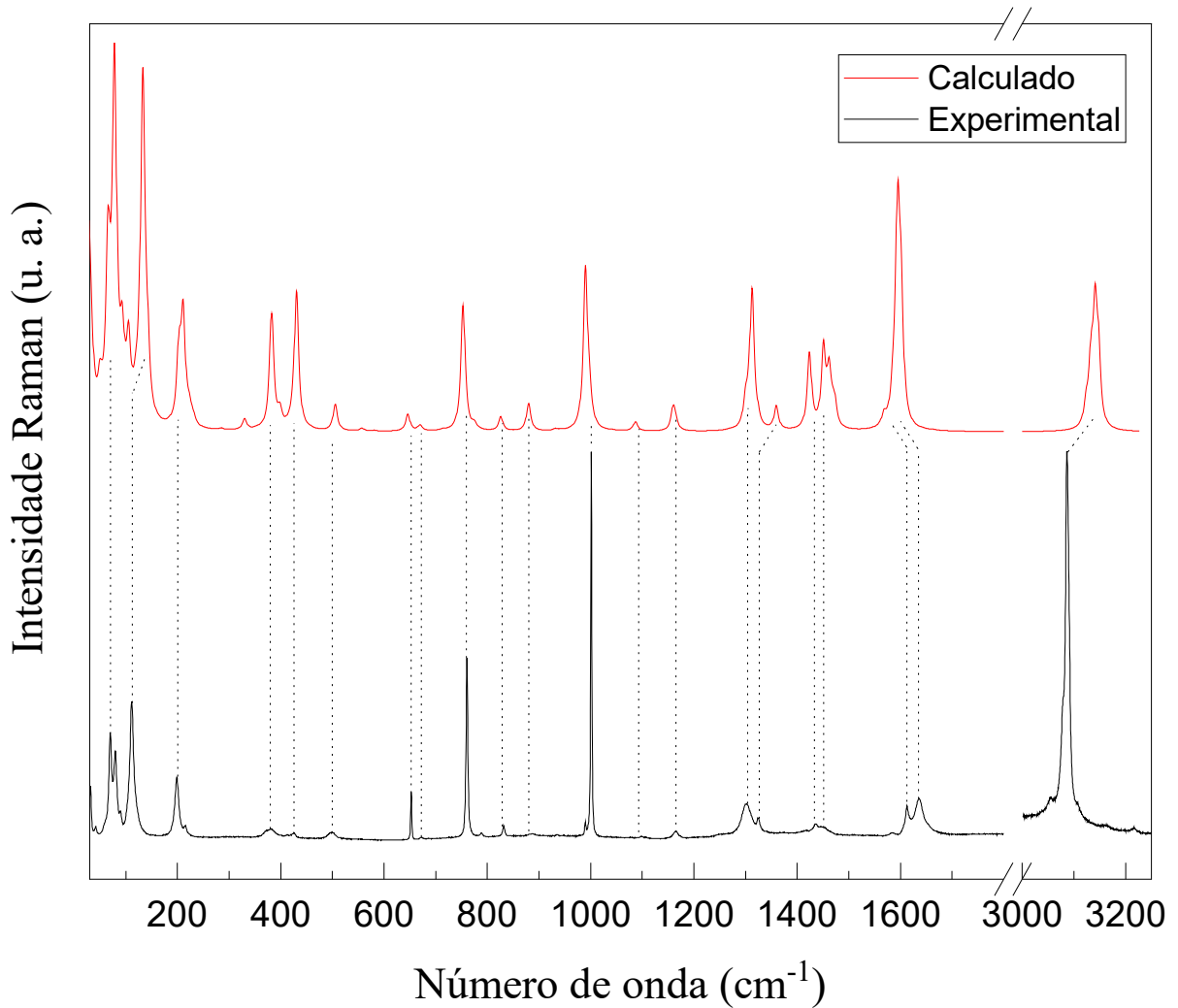


Fonte: produzida pelo autor.

4.3 Cálculos computacionais

Os cálculos realizados, baseados na Teoria Funcional da Densidade (DFT) foram comparados com o resultados obtidos experimentalmente no espectrômetro T64000, a Figura 12 mostra ambos os gráficos.

Figura 12 – Espectros Raman calculado e experimental do ácido isoftálico em condições ambiente.

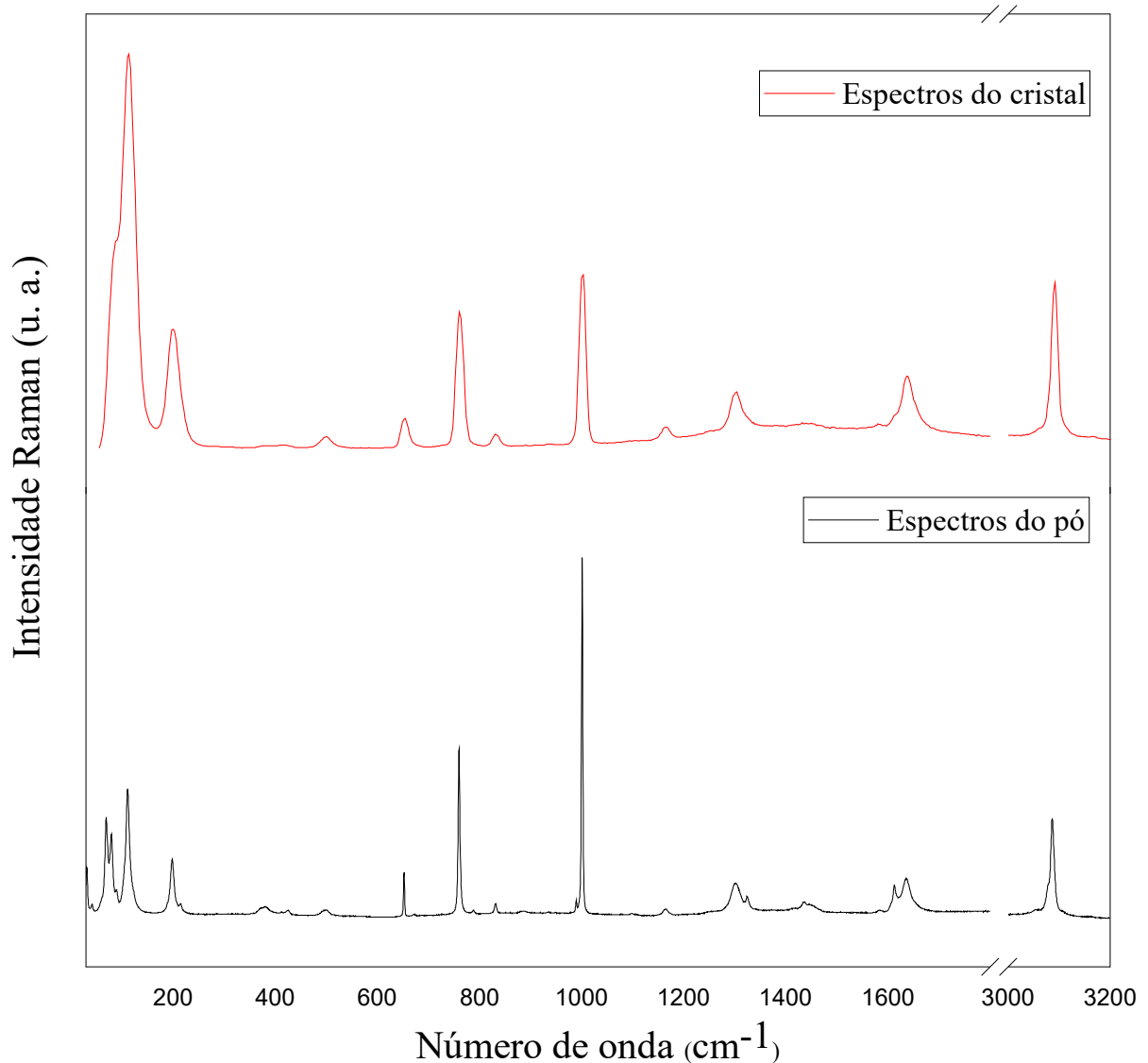


Fonte: produzida pelo autor.

4.4 Análise da Espectroscopia Raman

Foram analisados os espectros do cristal obtido, usando o WITEC e comparados com os espectros obtidos pelo pó, usando o T64000. Foi percebido que os espectros obtidos no espectrômetro T64000 apresentavam uma melhor qualidade de análise, apresentando mais modos de vibração e maior concordância com os gráficos calculados, já que alguns modos são mais sutis quando observados no cristal, assim, tornaram-se a base da análise da seguinte seção. A Figura 13 mostra os espectros obtidos no pó e no cristal.

Figura 13 – Espectros Raman obtidos no cristal e no pó.



Fonte: produzida pelo autor.

A fim de caracterizar os modos presentes no espectro do material e classificá-los, foram usados dados presentes na literatura, com base em outros trabalhos de ácidos dicarboxílicos e os cálculos de DFT realizados. Os espectros Raman foram divididos em regiões que facilitassem a análise dos dados.

4.4.1 Região entre 0 e 300 cm^{-1}

Foram classificados os modos da região entre 0 e 300 cm^{-1} e colocados na Tabela 3 abaixo. Na região abaixo de 200 cm^{-1} são encontrados os modos externos, conhecidos como modos de rede. Esses modos são resultados de vibrações de toda a rede cristalina, o que torna difícil a sua classificação.

Tabela 3 – Identificação dos modos de vibração do ácido isoftálico na região 0 - 300 cm^{-1}

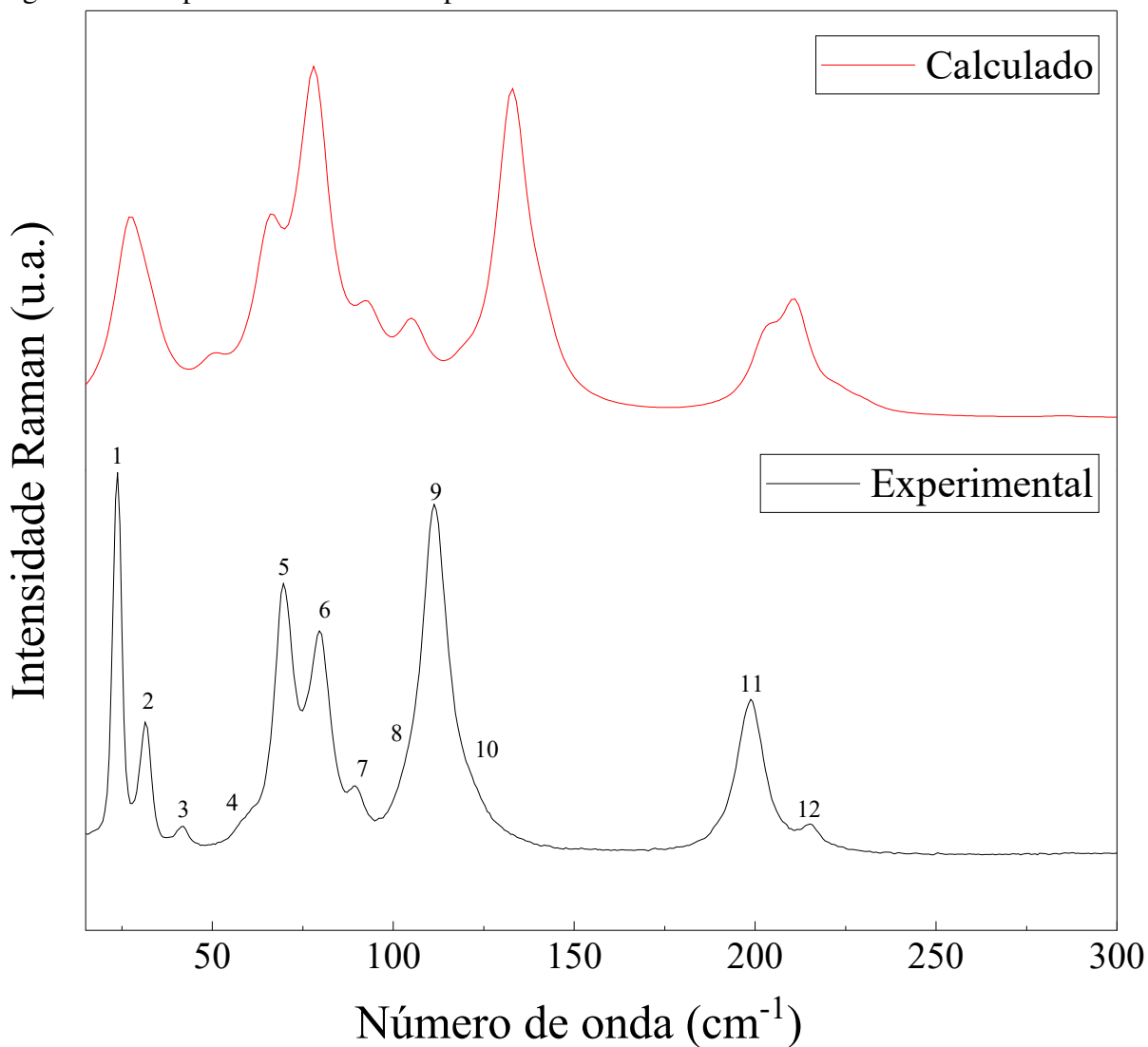
	Calculado (cm^{-1})	Experimental (cm^{-1})	Tipo de vibração
1	27	24	Rede
2	32	31	Rede
3	49	42	Rede
4	66	60	Rede
5	75	70	Rede
6	78	80	Rede
7	92	90	Rede
8	105	104	Rede
9	106	111	Rede
10	120	118	Rede
11	203	199	Rede
12	211	215	γ (deformação de rede)

Fonte: produzida pelo autor.

Nota: γ - deformação fora do plano.

No intervalo entre 0 e 300 cm^{-1} foram observados 12 modos (Figura 14). Para a região abaixo de 200 cm^{-1} foram classificados como modos rede. Por volta de 215 cm^{-1} foi encontrada uma deformação fora do plano, onde as moléculas não vibram sozinhas; elas se movem junto com as moléculas vizinhas, presas por ligações de hidrogênio. O que foi chamado de deformação de rede.

Figura 14 – Espectro no intervalo espectral 0 e 300 cm^{-1} .



Fonte: produzida pelo autor.

4.4.2 Região entre 300 e 900 cm^{-1}

Foram observados mais 12 modos na faixa de 300 - 900 cm^{-1} (Figura 15) e classificados na Tabela 4 tendo como referência os cálculos computacionais realizados e a literatura da classificação dos isômeros já existentes

Tabela 4 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 300 - 900 cm^{-1} .

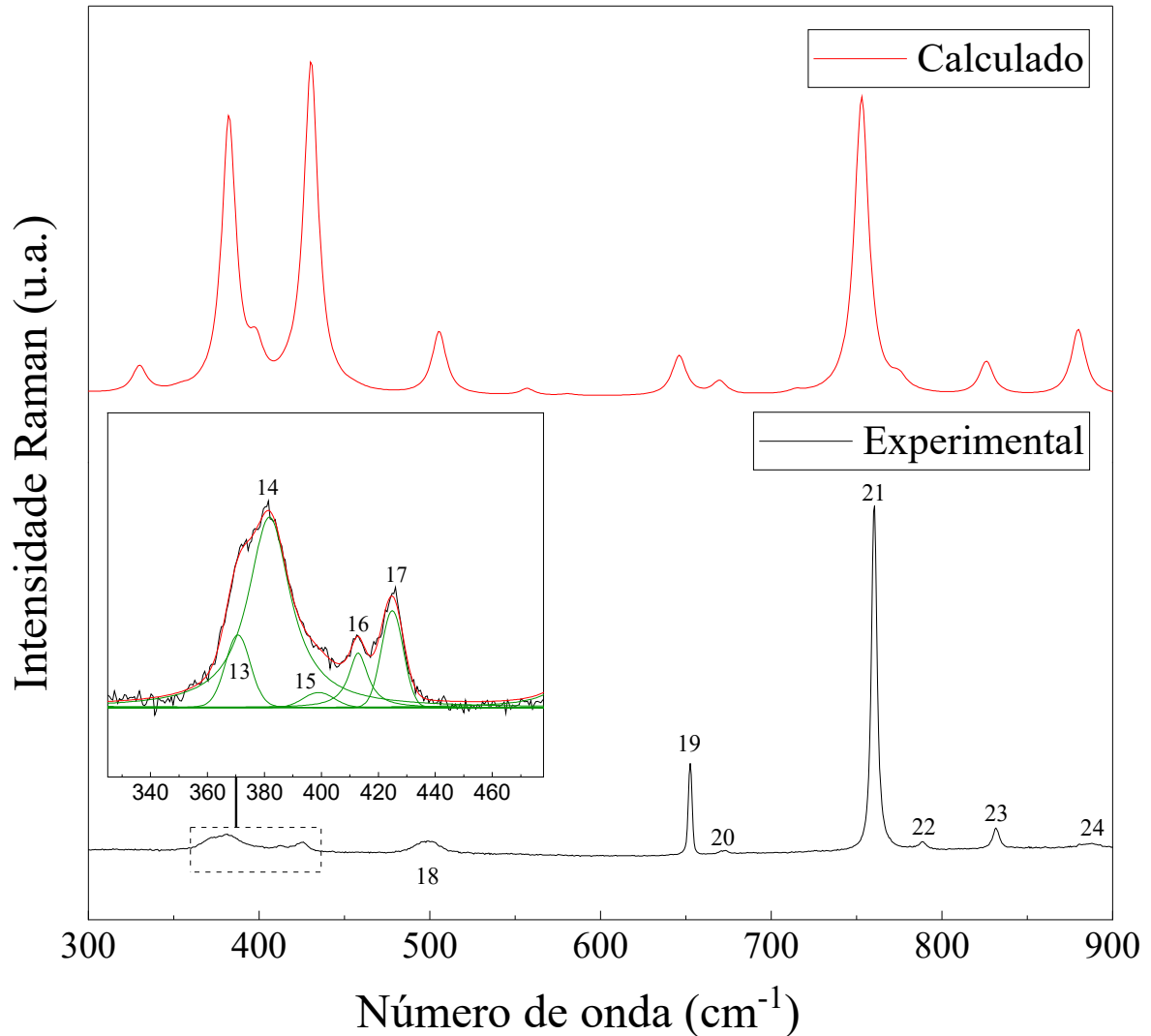
	Calculado (cm^{-1})	Experimental (cm^{-1})	Tipo de vibração
13	-	371	-
14	382	382	δ (interação entre as moléculas)
15	398	399	δ (deformação do anel)
16	415	413	$\gamma(HCCH)$
17	422	425	$\gamma(HCCH)$
18	505	499	$\delta(CO_2)$
19	646	653	Respiração do anel aromático
20	670	673	$\gamma(HCCH)$
21	753	760	δ (deformação do anel)
22	783	788	$\delta(COOH)$
23	826	832	$\gamma(CH)$
24	883	887	δ (deformação do anel)

Fonte: produzida pelo autor.

Nota: γ - deformação fora do plano; δ - deformação no plano.

Na região de 371 cm^{-1} , foi observado um pico experimental sem correspondência com modos calculados. Em 382 cm^{-1} , identificou-se um modo de baixa intensidade, sem movimento vibracional bem definido. Em 413 e 425 cm^{-1} , registram-se deformações HCCH fora do plano (γ), enquanto em 499 cm^{-1} ocorre uma deformação no plano do grupo carboxílico ($\delta(CO_2)$).

Em 653 cm^{-1} , observa-se o modo de respiração do anel aromático, caracterizado pelo afastamento e aproximação dos átomos de carbono do anel. Em 673 cm^{-1} , detecta-se outra deformação HCCH fora do plano (γ). As regiões de 760 e 887 cm^{-1} apresentam deformações adicionais do anel aromático. Em 788 cm^{-1} , registra-se uma deformação no plano do grupo $-COOH$ ($\delta(COOH)$), enquanto em 832 cm^{-1} , identifica-se uma deformação CH fora do plano ($\gamma(CH)$), consistente com o modo observado no ácido tereftálico (Sun *et al.*, 2017, p. 4), refletindo semelhanças estruturais entre os isômeros.

Figura 15 – Espectro no intervalo espectral 300 e 900 cm^{-1} .

Fonte: produzida pelo autor.

4.4.3 Região entre 900 e 1200 cm^{-1}

Na região entre 900 e 1200 cm^{-1} (Figura 16) é bastante presente deformações CH, no plano (δ) e fora do plano (γ), que foram colocadas na Tabela 5 abaixo.

Tabela 5 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 900 - 1200 cm^{-1} .

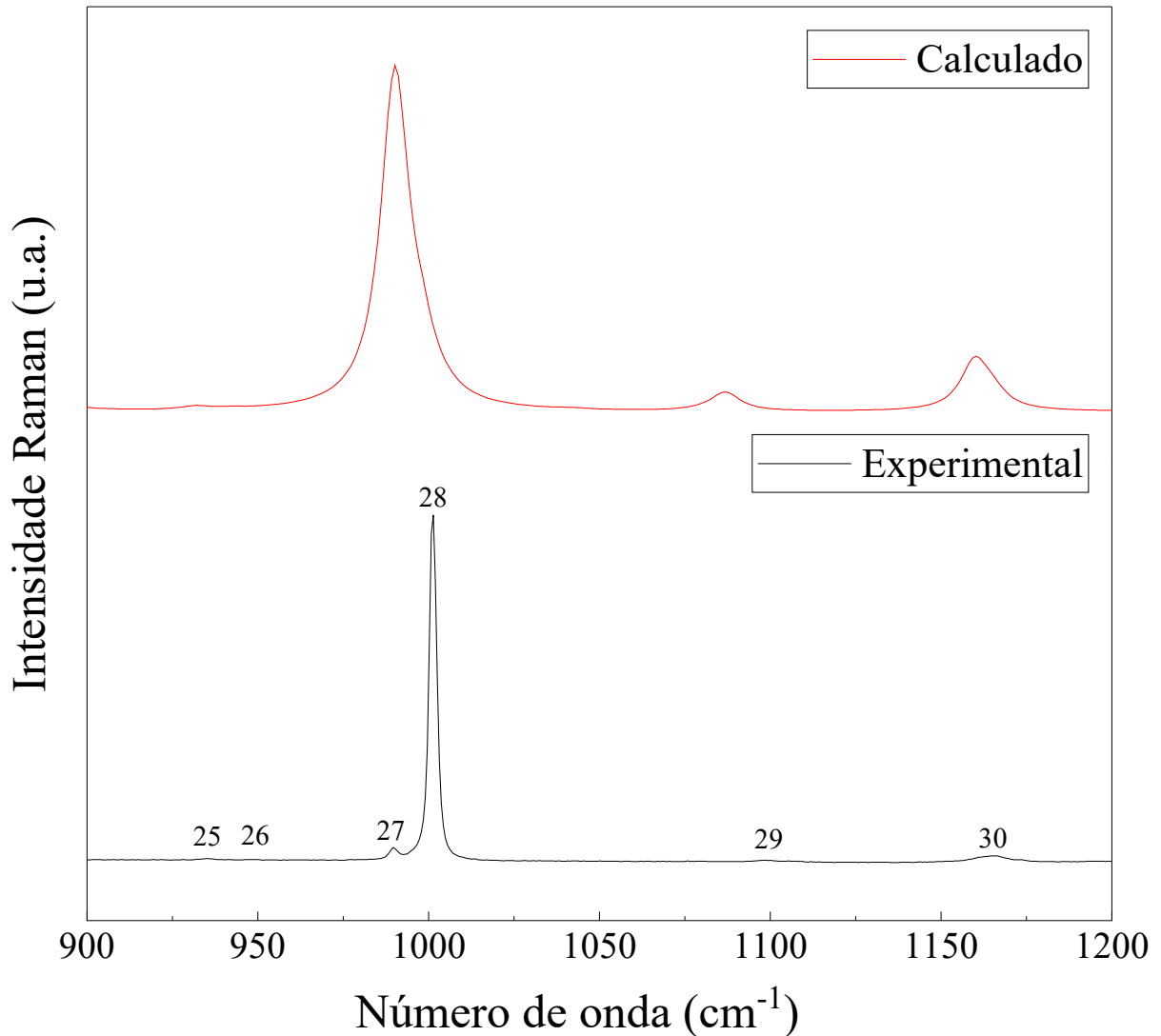
	Calculado (cm^{-1})	Experimental (cm^{-1})	Tipo de vibração
25	942	936	$\gamma(\text{CH})$
26	943	948	$\gamma(\text{CH})$
27	990	990	$\delta(\text{CCC}) + \gamma(\text{CH})$
28	999	1001	$\gamma(\text{CH})$
29	1090	1100	$\delta(\text{CH})$
30	1165	1165	$\delta(\text{CH})$

Fonte: produzida pelo autor.

Nota: γ - deformação fora do plano; δ - deformação no plano.

Em 936 , 948 e 1001 cm^{-1} são observadas deformações CH fora do plano $\gamma(CH)$. Já em 1100 e 1165 cm^{-1} registram-se deformações CH no plano $\delta(CH)$. Na região de 990 cm^{-1} identifica-se uma combinação de modos: deformação no plano do grupo de carbonos $\delta(CCC)$ e deformação CH fora do plano $\gamma(CH)$.

Figura 16 – Espectro no intervalo espectral 900 e 1200 cm^{-1} .



Fonte: produzida pelo autor.

4.4.4 Região entre 1200 e 1800 cm^{-1}

Na região entre 1200 e 1800 cm^{-1} foram identificados 10 modos de vibração (Figura 17) e classificados na Tabela 6 abaixo. Não foram observados, nessa região, modos entre 1200 e 1300 cm^{-1} . É interessante perceber que a partir daí deformações OH ($\delta(OH)$) e deformações CH ($\delta(CH)$) tornam-se bastante presentes.

Tabela 6 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 1200 - 1800 cm^{-1}

	Calculado (cm^{-1})	Experimental (cm^{-1})	Tipo de vibração
33	1300	1302	$\nu(\text{CO}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
34	1323	1324	$\nu(\text{CC}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
35	1423	1421	$\nu(\text{C}=\text{C}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
36	1424	1435	$\nu_s(\text{CCC}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
37	1450	1449	$\delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
38	1465	1465	$\nu(\text{C}-\text{O}) + \nu(\text{C}-\text{C}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{OH})$
39	1585	1583	$\nu(\text{CC}) + \delta(\text{COH})$
40	1601	1613	$\nu(\text{CC}) + \delta(\text{OH})$
41	1643	1636	$\nu(\text{C}=\text{O}) + \nu(\text{CC}) + \delta(\text{CH}) + \delta(\text{O}-\text{H})$
42	1663	1661	$\nu(\text{C}=\text{O}) + \delta(\text{O}-\text{H})$

Fonte: produzido pelo autor.

Nota: ν - estiramento; ν_s - estiramento simétrico; γ - deformação fora do plano; δ - deformação no plano.

Nas bandas numeradas 33, 34, 35, 36, 37, 38, 41 e 42, observa-se a presença de deformações OH ($\delta(\text{OH})$). Na região de 1302 cm^{-1} , identifica-se um estiramento CO ($\nu(\text{C}-\text{O})$) combinado com um dobramento CH ($\delta(\text{CH})$). Em 1324 cm^{-1} , ocorre um estiramento CC ($\nu(\text{C}-\text{C})$) acoplado a uma deformação CH ($\delta(\text{CH})$).

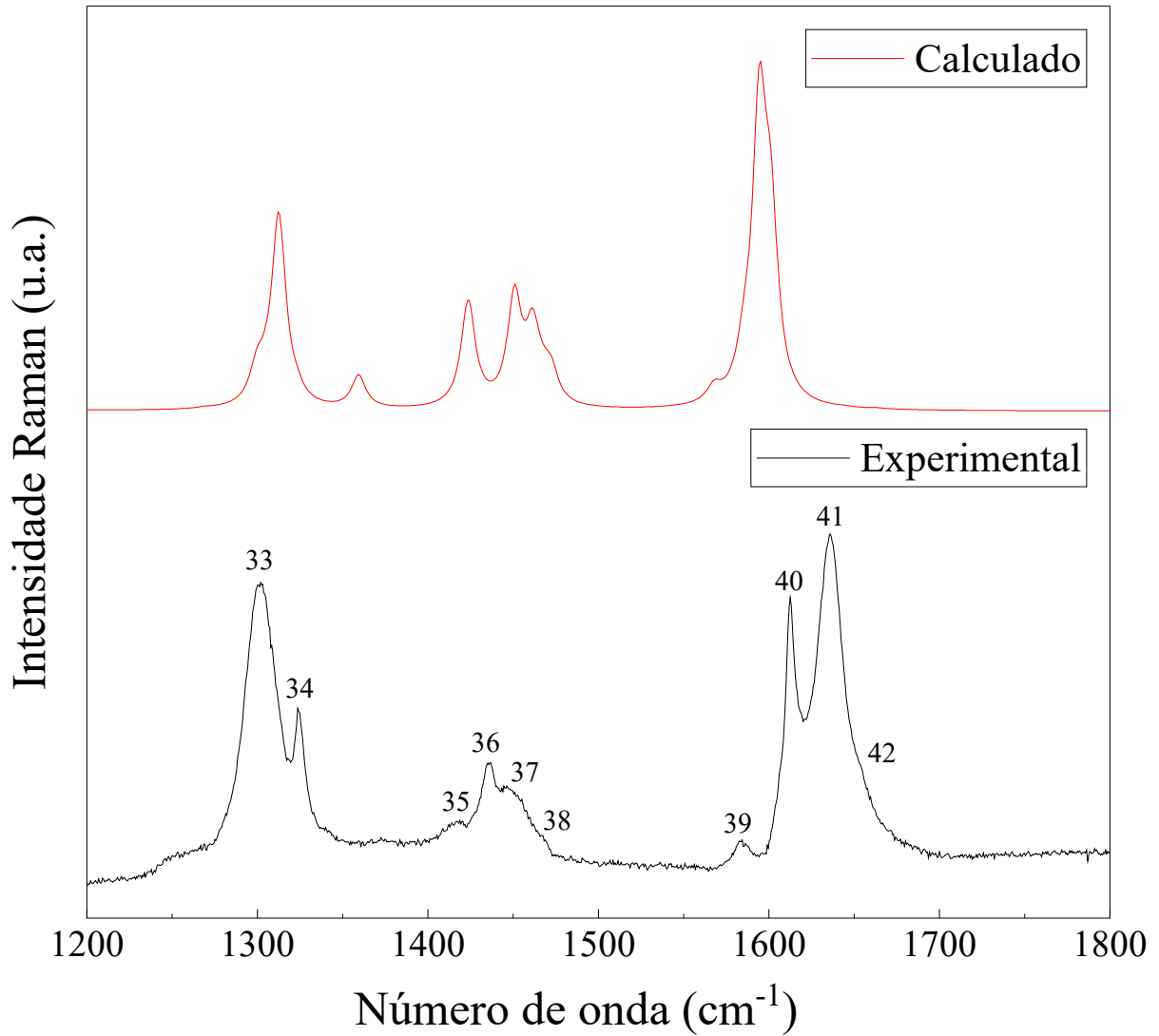
Na região de 1421 cm^{-1} , observa-se um estiramento em ligações duplas do anel aromático ($\nu(\text{C}=\text{C})$) junto com uma deformação CH ($\delta(\text{CH})$). Em 1435 cm^{-1} , registra-se um estiramento simétrico dos carbonos do anel aromático ($\nu_s(\text{CCC})$), combinado com dobramento CH ($\delta(\text{CH})$).

Na região de 1449 cm^{-1} , identifica-se uma deformação CH ($\delta(\text{CH})$) e, conforme relatado na literatura para o isômero tereftálico (Sun *et al.*, 2017, p. 4), uma deformação OH ($\delta(\text{OH})$). Em 1465 cm^{-1} , observa-se um estiramento CO ($\nu(\text{C}-\text{O})$), um estiramento CC ($\nu(\text{C}-\text{C})$), uma deformação CH ($\delta(\text{CH})$), além de uma deformação OH ($\delta(\text{OH})$).

Na região de 1583 cm^{-1} , são encontrados um estiramento CC ($\nu(\text{C}-\text{C})$) e uma deformação COH ($\delta(\text{COH})$), também relatados para o isômero ftálico (Oliveira *et al.*, 2025, p. 30). Em 1613 cm^{-1} , verifica-se um estiramento CC ($\nu(\text{C}-\text{C})$), também presente no isômero tereftálico (Sun *et al.*, 2017, p. 4), acompanhado de uma deformação OH ($\delta(\text{OH})$).

Na região de 1636 cm^{-1} , observa-se um estiramento C=O ($\nu(\text{C}=\text{O})$) combinado com estiramento CC ($\nu(\text{C}-\text{C})$), deformação CH ($\delta(\text{CH})$) e deformação OH ($\delta(\text{OH})$). Finalmente, em 1661 cm^{-1} , registra-se um estiramento C=O ($\nu(\text{C}=\text{O})$) acompanhado de deformação OH ($\delta(\text{OH})$).

Figura 17 – Espectro no intervalo espectral 1200 e 1800 cm^{-1} .



Fonte: produzida pelo autor.

4.4.5 Região entre 3000 e 3200 cm^{-1}

Na região entre 3000 e 3200 cm^{-1} são observados 4 modos de vibração, onde todos são estiramentos de CH ($\nu(\text{CH})$). Veja a tabela 7.

Tabela 7 – Identificação de vibração do ácido isoftálico na região espectral 3000 - 3200 cm^{-1}

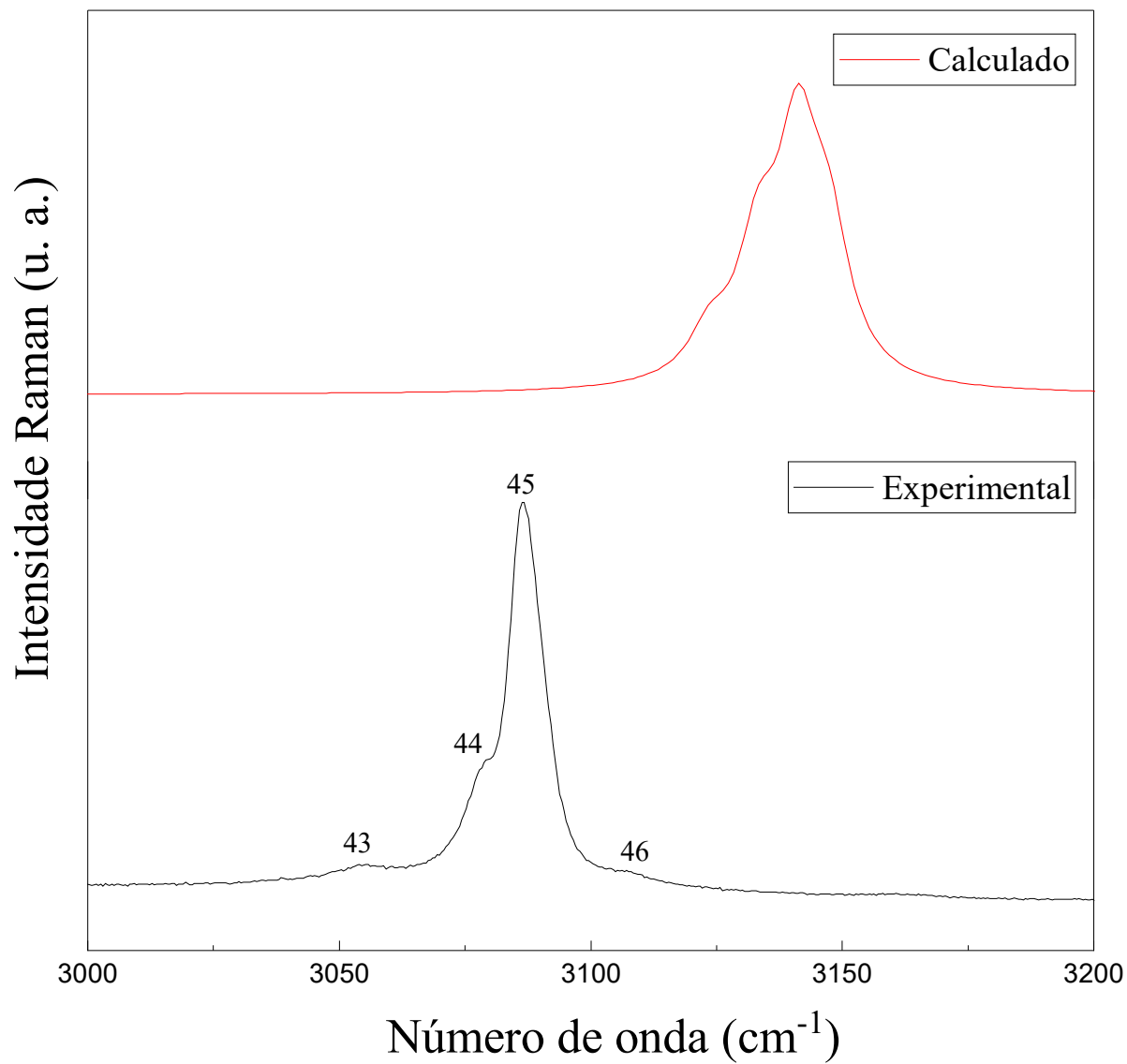
	Calculado (cm^{-1})	Experimental (cm^{-1})	Tipo de vibração
43	3124	3054	$\nu(\text{CH})$
44	3133	3078	$\nu(\text{CH})$
45	3141	3087	$\nu(\text{CH})$
46	3147	3108	$\nu(\text{CH})$

Fonte: produzida pelo autor.

Nota: ν - estiramento.

A Figura 18 mostra os modos observados experimentalmente, essa região já é conhecida na literatura pela presença desses estiramentos ($\nu(CH)$) (Oliveira *et al.*, 2025, p. 32).

Figura 18 – Espectro no intervalo espectral 3000 e 3200 cm^{-1} .



Fonte: produzida pelo autor.

5 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

O estudo espectroscópico e térmico do ácido isoftálico permitiu caracterizar detalhadamente sua estrutura molecular e comportamento no estado sólido. A análise Raman revelou modos vibracionais associados ao anel aromático, aos grupos carboxílicos e às interações intermoleculares, sendo possível distinguir deformações fora e no plano, respirações do anel e combinações de modos, com destaque para regiões de baixa frequência ($0\text{--}300\text{ cm}^{-1}$) e para as bandas de $1300\text{--}1660\text{ cm}^{-1}$. A comparação com os isômeros ftálico e tereftálico confirmou a influência da posição dos grupos carboxílicos sobre as vibrações do anel e dos grupos funcionais.

As análises TG e DSC indicaram que o ácido isoftálico apresenta alta estabilidade térmica, permanecendo praticamente estável até cerca de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, seguida por fusão e decomposição progressiva até $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, evidenciando a resistência estrutural conferida pelo anel aromático e pelas interações intermoleculares.

Em conjunto, os resultados demonstram que o ácido isoftálico possui uma estrutura cristalina estável e bem definida, com propriedades vibracionais e térmicas consistentes com a presença de grupos carboxílicos em posição meta no anel aromático. Essas informações são fundamentais para futuras aplicações do composto, seja em síntese de polímeros, materiais funcionais ou estudos de cristalografia comparativa com outros ácidos benzênicos.

A síntese do cristal do ácido também foi de fundamental importância para o aprendizado e a prática laboratorial, seus dados foram usados para os cálculos computacionais e confirmação de estrutura por difração de raios X, e pode, em estudos futuros, ser usado para analisar como o ácido isoftálico se comporta em condições extremas de temperatura e pressão.

REFERÊNCIAS

- ASHCROFT, N. W. **Física do Estado Sólido**. [S. l.]: Cengage Learning, 2011. ISBN 978-85-221-0902-9.
- BRUCE, P. Y. **Química Orgânica**. [S. l.]: Pearson, 2006. ISBN 87-7605-004-8.
- CANEVAROLO, S. V. J. **Ciência dos polímeros**. [S. l.]: Artliber, 2006. ISBN 85-88098-10-5.
- CLARK, S. J.; SEGALL, M. D.; PICKARD, C. J.; HASNIP, P. J.; PROBERT M. I.; REFSON, K.; PAYNE M. C. First principles methods using castep. **Zeitschrift für kristallographie-crystalline materials**, De Gruyter Oldenbourg, v. 220, n. 5-6, p. 567–570, 2005.
- DERISSEN, J. L. The crystal structure of isophthalic acid. **Acta Crystallographica Section B**, v. 30, n. 11, p. 2764–2765, Nov 1974. Disponível em: <https://doi.org/10.1107/S056774087400803X>. Acesso em: 20 dez. 2025.
- MELO, A. J. L. de. **Avaliação da estrutura de tecidos técnicos como elemento reforçante em compósitos poliméricos sistema poliéster isoftálico**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) — Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.
- NOONAN, S.; SAVAGE, G. Oxalate content of foods and its effect on humans. **Asia Pac J Clin Nutr**, Wiley Online Library, v. 8, n. 1, p. 64–74, 1999.
- OECD. **Banco de Dados de Produtos Químicos Existentes da OCED**. 2004. Dados publicados pelo Banco de Dados de Produtos Químicos Existentes da OCED. Disponível em: https://hpcchemicals.oecd.org/UI/SIDS_Details.aspx?key=fe5c9fbc-fe72-460c-9c35-dec8f96617b0&idx=0. Acesso em: 24 jul. 2025.
- OLIVEIRA F. V.; SILVA, R. da; OLIVIER, L.; FREIRE, P. d. T. C.; EMÍDIO, C.; LIMA Jr, J. Structural and vibrational properties of phthalic acid under high pressure: A combined raman spectroscopic and dft study. **Journal of Molecular Structure**, Elsevier, p. 145050, 2025.
- PARISA, J. Determination of the solubility profile of isophthalic acid in some aqueous solutions of betaine-based deep eutectic solvents: study the extent of h-bonding interactions between starting materials of deep eutectic solvents in aqueous medium. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, n. 1, 2023.
- PERDEW, J. P.; BURKE, K.; ERNZERHOF, M. Generalized gradient approximation made simple. **Physical review letters**, APS, v. 77, n. 18, p. 3865, 1996.
- PFROMMER, B. G.; CÔTE, M.; LOUIE, S. G.; COHEN, M. L. Relaxation of crystals with the quasi-newton method. **Journal of Computational Physics**, Elsevier, v. 131, n. 1, p. 233–240, 1997.
- SALA, O. **Fundamentos da Espectroscopia Raman e no Infravermelho**. [S. l.]: UNESP, 2008. ISBN 978-85-7139-868-9.
- SHEEHAN, R. J. Terephthalic acid, dimethyl terephthalate, and isophthalic acid. **Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry**, v. 26, n. 1, p. 193, 2011.

SILVA, K. F. **Desenvolvimento e caracterização de novas formas sólidas multicomponentes do cloridrato de ondasetarona e riconbendazol**. Tese (Doutorado em Física) — Centro de Ciências, Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2022.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B.; SNYDER, S. A. **Organic Chemistry**. [S. l.]: Wiley, 2009. ISBN 978-1-118-87576-6.

SUN, L.; ZHAO, Y.; SHANG, Y.; SUN, C.; ZHOUN, M. The phase stability of terephthalic acid under high pressure. **Chemical Physics Letters**, Elsevier, v. 689, p. 56–61, 2017.

TKATCHENKO, A.; SCHEFFLER, M. Accurate molecular van der waals interactions from ground-state electron density and free-atom reference data. **Physical review letters**, APS, v. 102, n. 7, p. 073005, 2009.

ULLMANN, F. **Encyclopedia of industrial chemistry**. [S. l.]: Wiley-VHC, 2000. ISBN 9783527306732.

VIEIRA, G. A. **Síntese e Caracterização de Polímeros Verdes: Poliésteres do Glicerol e do Ácido Isoftálico**. Dissertação — Programa de pós-graduação em Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Tecnologia, Ambiente e Sociedade Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Teófilo Otoni, 2016.