

Investigação espectroscópica do teste de Feigl para paládio empregando o complexo dimetilglioximatoniquel(II)

Níkolos Lukin* (IC), Anamaria D. P. Alexiou (PQ) e Henrique E. Toma (PQ)

Instituto de Química, Universidade de S. Paulo, Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia, C.Postal 26077 CEP 05513-970, São Paulo, SP.

*nikolas@iq.usp.br

Palavras Chave: *spot test*; complexo dimetilglioximatoniquel (II); paládio(II)

Introdução

Em 1938 Fritz Feigl formulou o teste de detecção de paládio(II)¹ baseado na hipótese do efeito de proteção que este íon promove ao complexo Ni(dmgH)₂ tornando-o insolúvel em meio fracamente ácido, em contraste com o Ni(dmgH)₂ que não é tratado com paládio (II).

O trabalho tem como objetivo a utilização da espectroscopia eletrônica de reflectância com guias de onda, para investigar o “spot-test” de Feigl para paládio(II).

Resultados e Discussão

Amostras tratadas com soluções de diferentes concentrações e volumes bem conhecidos de PdCl₂ foram adicionadas a áreas delineadas de um papel de cromatografia Whatson nº 5 impregnado com o complexo Ni(dmgH)₂. O complexo Ni(dmgH)₂ foi preparado imergindo-se o mesmo papel em um béquer contendo solução 1,0 mol/L de butanodiona dioxima (dimetilglioxima - dmgH₂) que posteriormente foi lavado e imerso em outro béquer contendo NiSO₄ 0,5 mol/L e exposto ao vapor da amônia (sobre solução de NH₄OH) e finalmente lavado com o intuito de retirar o excesso de reagentes.

Para a análise dos compostos utilizou-se um espectrofotômetro modelo 260 da Guided Wave, e os espectros das amostras combinadas com PdCl₂ antes e depois do tratamento com ácido acético, estão mostrados nas Figuras 1 e 2:

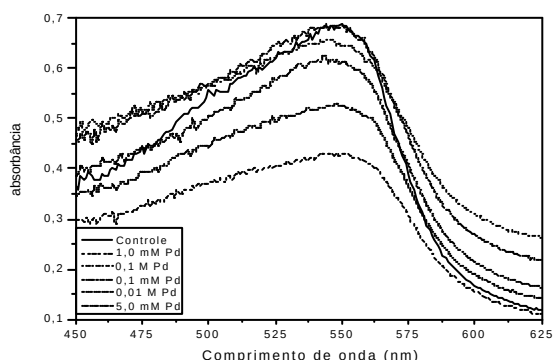
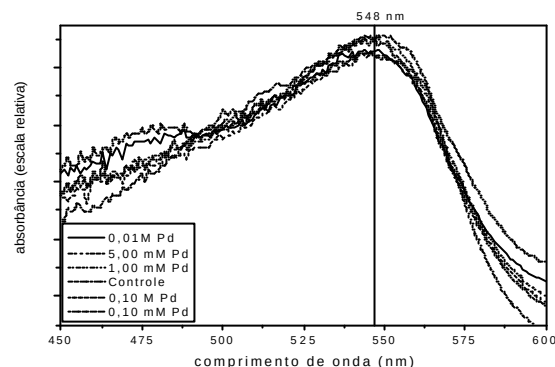


Figura 1: Comparação dos espectros eletrônicos das amostras tratadas com PdCl₂ 0,10M, 0,01M,



5,0mM, 1,0mM, 0,1mM antes do tratamento com ácido.

Figura 2: Comparação dos espectros eletrônicos (sobrepostos) das amostras tratadas com PdCl₂ 0,10M, 0,01M, 5,0mM, 1,0mM, 0,1mM depois do tratamento com ácido.

Conclusões

O espectro eletrônico das amostras evidencia que o tratamento com paládio leva à formação de um complexo superficial com dmgH₂, sobre a matriz de Ni(dmgH)₂, como Feigl havia proposto, tornando-a resistente ao ataque de ácido acético diluído (1:1 v/v). Esse efeito é bastante claro em amostras tratadas com concentrações elevadas de paládio, onde se observa o surgimento de uma banda em torno de 475nm característica do complexo Pd(dmgH)₂ na superfície da amostra.

Neste experimento, empregando um teor elevado de níquel(II) (0,5 M) o efeito de proteção já é detectável para soluções acima de 0,1 mM de paládio(II), correspondendo a uma relação de concentração de 5000 vezes.

Agradecimentos

CNPq

Fapesp

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

2. Feigl F., *Spot tests*, 4 Ed. Amsterdam, Elsevier, 1954