

Busca de um novo composto organometálico de paládio para determinação de compostos reduzidos de enxofre em águas por Espectrometria de Fluorescência

João Flávio da S. Petrucci (PG)*, Arnaldo Alves Cardoso (PQ)

*jfpetrucci@gmail.com

Instituto de Química de Araraquara, Dep. de Química Analítica – UNESP. CP 355. CEP 14800-105 – Araraquara/SP.

Palavras Chave: sulfetos, fluorescência, síntese, paládio

Introdução

A presença de compostos reduzidos de enxofre (CRS) em baixas concentrações em corpos de águas superficiais usadas para consumo humano deve ser monitorada devido a seus efeitos tóxicos e modificação de propriedades organolépticas. Para compostos reduzidos de enxofre presentes em baixas concentrações, a técnica da fluorescência é utilizada com vantagens. Para este fim métodos analíticos utilizam compostos de mercúrio, que resultam em resíduos altamente tóxicos.

Diante desse panorama, a substituição do mercúrio com elemento componente do reagente gerador do sinal analítico pode ser uma solução. Entre os elementos que possuem alta afinidade com CRS podemos destacar a platina e o paládio.

A alta afinidade entre o íon paládio e CRS é conhecida e pouco explorada do ponto de vista analítico. Com este objetivo, este trabalho buscou sintetizar um composto de paládio que mantivesse afinidade pelo CRS e que após a reação produzisse sinal analítico de fluorescência. Entre os diferentes compostos sintetizados destacamos o complexo formado entre o íon paládio (II) com o ligante ácido 2-aminobenzóico, ainda não relatado na literatura, que possui propriedades analíticas buscadas.

Resultados e Discussão

O complexo formado entre o paládio (II) e o ácido 2-aminobenzóico foi preparado de forma similar a Jain e Srivastava¹ que descrevem preparação de complexo de paládio (II) com ligantes contendo grupos aminos : 0,631 mol PdCl₂ e 1,543 mol NaCl foram suspensos em água deionizada e mantidos sob agitação até obter-se uma solução límpida. Ácido 2-aminobenzóico foi adicionado, em excesso, gota a gota a solução e mantido em agitação por 24 horas. O produto foi filtrado, lavado diversas vezes com água deionizada, metanol e heptano. O composto foi mantido em dessecador por uma semana.

Análise por espectrometria de Infravermelho mostrou alterações nas bandas do grupo amino e carbonílico, sugerindo que a coordenação ocorreu através dos átomos de N e O presentes no ácido 2-aminobenzóico. O espectro de ¹H-RMN mostrou

pequenas alterações no deslocamento químico dos hidrogênios aromáticos próximos aos grupos amino e carbonílico, uma forte evidência da coordenação através desses grupos.

Estudos de soluções do composto sintetizado mostraram que com o uso de solvente metanol observa-se fluorescência quando o composto é excitado em 245 nm, com emissão de fluorescência em 410 nm. Nestas condições foi feita uma avaliação sobre a resposta quantitativa do reagente. Utilizando-se diferentes de soluções de sulfeto de sódio de concentrações conhecidas, observou-se aumento proporcional da intensidade de fluorescência com o aumento da quantidade de sulfeto adicionado.

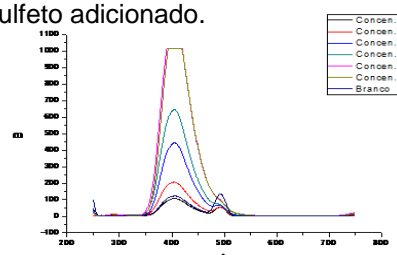


Figura 1. Espectro de emissão do composto com diferentes concentrações de sulfeto adicionadas. Excitação em 245 nm

O método desenvolvido foi linear na faixa de $2,75 \cdot 10^{-6}$ e $5,5 \cdot 10^{-5}$ mol/L, com limite de detecção de $1,31 \cdot 10^{-7}$ mol/L.

Alguns íons foram avaliados como possíveis interferentes no método. Neste caso os que se mostraram potencialmente interferentes foram o SCN⁻, H₃CCOO⁻ e OH⁻.

Conclusões

O composto sintetizado possui grande afinidade com CRS, e sua reação mostra aumento na intensidade do sinal de fluorescência proporcional a quantidade de CRS. O composto pode ser utilizado como reagente de um novo método analítico para CRS em baixa concentração com a vantagem de não gerar resíduo tóxico.

Agradecimentos

A CAPES, CNPq e FAPESP

¹ Jain, N.; Srivastava, T.S. *Indian J. Chem.* **1992**, 31A, 102.