

## IDENTIFICAÇÃO DE SELÊNIO EM COMPOSTOS ORGÂNICOS

A. Del'Acqua e D. F. Gastmans

### ABSTRACT

A test was developed for the detection of selenium in organic compounds based on the oxidation of the compound, followed by the precipitation of  $\text{SeO}_4$  with  $\text{Ba}^{++}$  in the presence of  $\text{KMnO}_4$ . The crystals of  $\text{BaSeO}_4$  so formed are violet.

### RESUMO

Foi elaborado um teste para identificação de selênio em compostos orgânicos baseado na oxidação do composto seguido pela precipitação do  $\text{SeO}_4$  com  $\text{Ba}^{++}$  na presença de  $\text{KMnO}_4$ . Os cristais de  $\text{BaSeO}_4$  assim formados apresentam cor violeta.

Quando forma-se sulfato de bário em presença de uma solução de permanganato de potássio observa-se que o precipitado toma intensa coloração violeta originada, segundo Yagoda (1), pela inclusão do permanganato de potássio na rede cristalina do sulfato de bário. Esta coloração é bastante intensa e resiste à ação de redutores como o ácido oxálico ou a hidroxilamina e tornou-se conhecido como efeito Wohlers.

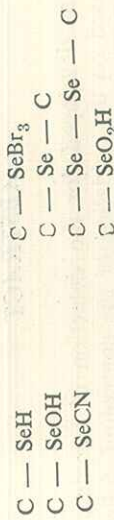
Este efeito foi bastante aproveitado por Feigl e colaboradores (2, 3) para a identificação dos íons bário e sulfato, tanto em substâncias inorgânicas como na identificação de enxofre em compostos orgânicos após sua transformação em sulfato.

Esta propriedade, entretanto, não é exclusiva do sulfato de bário, pois cromato, molibdato e tungstato de bário também são coloridos pelo permanganato de potássio (4).

Verificou-se que o selenato de bário apresenta o mesmo comportamento (5), que foi empregado na identificação de selênio, selenitos, selenatos e de bário (6).

Como Feigl (7, 8) apresenta apenas um teste geral para selênio em compostos orgânicos, julgamos interessante elaborar uma alternativa para a mesma finalidade.

A obtenção do íon selenato a partir de compostos orgânicos de selênio, ao mesmo tempo que a destruição da matéria orgânica, pode ser efetuada de várias maneiras. Mostrou-se bastante eficiente a calcinação da substância a ser testada com clorato de potássio, com o que se obteve resultado positivo com todos os tipos de compostos de selênio a que tivemos acesso:



**Procedimento:** Uma gota da solução (ou uma pequena quantidade do sólido testado) é colocada em um micro-tubo de ensaio que contém aproximadamente 10 mg de clorato de potássio. O solvente é evaporado numa estufa e o sólido resultante é calcinado aquecendo-se o tubo diretamente na chama do bico de Bunsen até que cesse a efervescência do clorato de potássio. Quando o tubo estiver frio, adiciona-se algumas gotas do reagente. Agita-se o tubo até a dissolução do sólido e o permanganato de potássio é decolorado com algumas gotas de solução de cloridrato de hidroxilamina a 20%.

O teste é positivo quando obtém-se um precipitado róseo ou violeta que é melhor observado após centrifugação.

**Reagente:** solução de 7g de  $\text{KMnO}_4$  e 2g de  $\text{BaCl}_2$  em 100ml de água.  
**Interferências:** Compostos de enxofre apresentam as mesmas reações (3, 9) portanto a presença deste elemento deve ser verificada antecipadamente.

Não deve ser esquecida a possibilidade, embora remota, da presença de crômio, molibdênio e tungstênio.

#### Bibliografia

- 1 — H. Yagoda, J. Ind. Hyg. Toxicol., 26 (1944) 224.
- 2 — F. Feigl, e W. Aufrecht, Rec. trav. chim., 58 (1939) 1127.
- 3 — F. Feigl, J. T. de Souza Campos e S. Ladeira Dalto, Anal. Chem., 36 (1964) 1657.
- 4 — A. Del'Acqua e J. T. de Souza Campos, Ciência e Cultura 20 (1968) 148.

- 5 — R. Rudnicki e J. Koscielný, Chem. Abstr., 64 (1964) 5753 f.
- 6 — J. T. de Souza Campos, Ciência e Cultura, 19 (1967) 247.
- 7 — F. Feigl, Anal. Chem. Acta, 24 (1961) 501.
- 8 — F. Feigl, Spot Tests in Organic Analysis, Elsevier, Amsterdam, 1966, p. 88.
- 9 — *Idem* 8, p. 84, 306.

#### Limites de identificação:

