



DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE HIDROXILA SEM O EMPREGO DE PIRIDINA

Edson Rodrigo Fernandes dos Santos.¹; Rogério Cruz Domingues da Silva.²; Jéssica da Silva Vicente.³;
Rodrigo Pereira Barretto da Costa-Félix.⁴; Marcio Nele de Souza.⁵

1. PG, EQ-UFRJ, edinhofrs@eq.ufrj.br; 2. PG, EQ-UFRJ, rcdomingues@inmetro.gov.br; 3. PG, IQ-UFRJ, jessy_vicente@yahoo.com.br; 4. Pesquisador Inmetro, rpfelix@inmetro.gov.br; 5. Professor Pesquisador, EQ-UFRJ, nele@eq.ufrj.br

RESUMO – Para se determinar a eficiência e a confiabilidade de um produto, há a necessidade de um controle de qualidade em todas as etapas empregadas na produção desse. A determinação do Índice de hidroxila (I_{OH}) é uma das formas de averiguação de diversos produtos e matérias-primas hidroxiladas. O I_{OH} é, por definição, o valor que exprime, em miligramas, a quantidade de hidróxido de potássio necessária para neutralizar o ácido formado, por acilação, de um grama da amostra. As técnicas empregadas na determinação do I_{OH} podem ser divididas em métodos químicos e espectroscópicos. As determinações espectroscópicas necessitam de equipamentos caros e técnicos especializados, enquanto que os métodos químicos geralmente utilizam misturas acetilantes tóxicas (principalmente devido ao emprego da piridina como catalisador), o que prejudica a utilização dessa metodologia em análises laboratoriais de rotina. Este trabalho teve como objetivo desenvolver um método de análise do I_{OH} por via úmida e de baixo custo empregando imidazol como catalisador, a fim de minimizar a exposição do analista a reagentes e solventes tóxicos e que fornecesse valores compatíveis aos métodos AOCS, ASTM e ISO. As acetilações foram realizadas em um balão acoplado a um condensador de refluxo. As quantidades utilizadas de analito e de volume de solução acetilantes foram de acordo com a literatura, a qual correlaciona os mesmos com o valor de I_{OH} esperado. O meio reacional foi aquecimento (100 - 105°C). Ao iniciar o refluxo, a reação foi mantida nesta condição durante uma hora. Após este período, foram adicionados 10 mL de água destilada pelo topo do condensador e o refluxo foi mantido por mais 10 minutos. Após esse tempo, o aquecimento foi removido e o sistema foi resfriado a temperatura ambiente. Foram adicionados 15 mL de *iso*-propanol para miscibilizar as fases e a solução formado foi titulada com solução etanólica de hidróxido de potássio 0,5N na presença de 1 mL de fenolftaleína. Cada determinação foi realizada em triplicata. Foram encontrados os seguintes valores (método proposto/método ASTM): óleo de mamona (161,19/161,4), Ultramamona RH400 (58,0/59,0), Ultrol CE 200 F (55,64/55,74), Stall (78,9/80,2), Deydhol K28B (86,5/86,06) e Renex 300 (36,85/36,45). Dependendo da solubilidade do analito, N,N-dimetilformamida pode ser substituído por outros solventes com menor grau de toxidez, apresentando valores próximos ao método ASTM. No geral, os valores de I_{OH} obtidos utilizando as duas misturas acetilantes apresentaram concordância entre si nas substâncias avaliadas, demonstrando a eficiência do método. A variação entre os valores obtidos foi menor que 1%, mostrando a viabilidade do emprego da mistura acetilante com imidazol utilizando solventes diferentes do método padrão. Dependendo da solubilidade do analito, o DMF pode ser substituído por outros solventes com menor grau de toxidez.

Palavras Chave: Índice de Hidroxila, óleo de mamona e derivados

Apoio: FAPERJ, CAPES, Inmetro e CNPq.