



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMIÁRIDO
CENTRO DE ENGENHARIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA E TECNOLOGIA
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

VIVIANE DE OLIVEIRA CHAVES

**OTIMIZAÇÃO DAS ANÁLISES DE Ca^{2+} E Mg^{2+} NO SAL ATRAVÉS A TÉCNICA
DE ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM CHAMA (FAAS)**

MOSSORÓ, RN

2018

VIVIANE DE OLIVEIRA CHAVES

**OTIMIZAÇÃO DAS ANÁLISES DE Ca^{2+} E Mg^{2+} NO SAL ATRAVÉS A TÉCNICA
DE ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM CHAMA (FAAS)**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Universidade Federal Rural
do Semi-Árido – UFERSA, Campus
Mossoró, para a obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Química.

Orientador (a): Prof.^a Dra. Mônica
Rodrigues de Oliveira – UFERSA

**MOSSORÓ-RN
2018**

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

C512o Chaves, Viviane de Oliveira . Otimização das análises de Ca^{2+} e Mg^{2+} no sal através a técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (FAAS) / Viviane de Oliveira Chaves. - 2018. 64 f. : il.

Orientadora: Mônica Rodrigues de Oliveira.

Monografia (graduação) - Universidade Federal Rural do Semi-árido, Curso de Engenharia Química, 2018.

1. Análise físico-química. 2. Espectrofotometria de Absorção Atômica. 3. Sal. I. de Oliveira, Mônica Rodrigues , orient. II. Título.

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

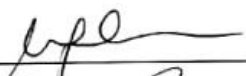
VIVIANE DE OLIVEIRA CHAVES

OTIMIZAÇÃO DAS ANÁLISES DE Ca^{2+} E Mg^{2+} NO SAL ATRAVÉS DA
TÉCNICA DE ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM
CHAMA (FAAS)

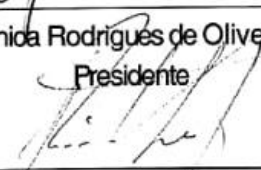
Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Universidade Federal
Rural do Semi-Árido – UFRSA,
Campus Mossoró, para a obtenção do
título de Bacharel em Engenharia
Química.

Aprovado em: 17 / 09 / 2018.

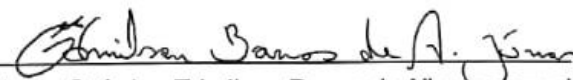
BANCA EXAMINADORA



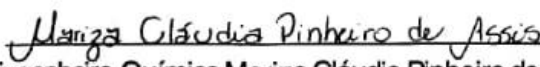
Prof.ª Dr.ª Mônica Rodrigues de Oliveira – UFRSA
Presidente



Prof. Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite – UFRSA
Primeiro membro



Engenheiro Químico Edmilson Barros de Albuquerque Júnior
Segundo membro



Engenheira Química Mariza Cláudia Pinheiro de Assis
Terceiro membro

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço à Deus, que em momento algum deixou-me sozinha. À Ele toda a honra e toda a glória por mais essa conquista.

Aos meus pais, José Maria e Aldenira, por serem meus pilares, onde ensinaram-me desde cedo o valor do estudo, humildade e honestidade. À eles, por sempre acreditarem no meu potencial.

À minha irmã, Vitória de Oliveira Chaves, por todo suporte que me deu durante a faculdade, pelo carinho e cuidado que sempre teve comigo.

À minha prima, Michele de Oliveira Silva, por me ensinar a sonhar e acreditar que podemos ir muito mais além do que imaginamos.

Aos meus avós, tios e tias, pelo suporte e exemplos que são na minha vida.

À minha orientadora, Professora Dr^a. Mônica Rodrigues de Oliveira, pela disponibilidade em orientar-me no Estágio supervisionado e pelos ensinamentos durante esses meses.

Aos meus amigos da faculdade, Alrivan, Cinthya, Mayara, Mayrlo, Patrícia, Raul, Rejanne, Rodrigo e Thatiana, que me incentivaram a sempre buscar novos horizontes e a não desistir, principalmente no final do semestre.

À Débora e Lorena, por toda a amizade construída ao longo dos anos, por aguentarem meus dias de estresse, me ouvirem e me ajudarem a prosseguir.

Aos meus amigos do intercâmbio, principalmente Franciele Santos, Rita de Cássia e Susi Elen, pelas conversas, conselhos e pelo laço de amizade que construímos durante o tempo que estudamos fora do Brasil.

À família Salinor que me recebeu com muito amor, me ensinou e me impulsionou a ir mais longe. Agradeço em especial à Seu Laerte, por todo cuidado e atenção, Elias, por cada ensinamento, Lucélia, pelas aventuras no Porto Ilha e nas salinas, Camilo, por toda paciência, e Edgleson, por toda orientação durante esses meses.

“ O coração do sábio adquire o conhecimento, e
o ouvido dos sábios busca a ciência. ”

(Provérbios 18.15)

RESUMO

O cloreto de sódio (NaCl) é uma das substâncias mais abundantes na natureza. É conhecido popularmente como sal de cozinha e é um composto iônico constituído pelos elementos cloro e sódio. Este é uma substância essencial para a vida humana e indispensável aos animais. A principal proveniência do sal é da água do mar, devido à alta concentração de cloreto de sódio em águas marítimas. Neste caso, a exploração é feita a céu aberto e em grande escala nas salinas, por evaporação natural ao sol e ao vento. O estado do Rio Grande do Norte está em primeiro lugar na sua produção nacional de sal marinho, sendo responsável por cerca de 90 % da produção brasileira. As cidades que se destacam com a produção no Estado do Rio Grande do Norte são Macau, Mossoró, Areia Branca, Galinhos e Grossos. A Salinor – Salinas do Nordeste S/A é responsável por 45 % de todo sal marítimo produzido no Brasil, sendo a maior produtora de sal do país. O processo de extração do sal marinho baseia-se em quatro principais etapas: captação de água do mar, a evaporação, a cristalização, e a colheita e lavagem do sal. Após o processo de cura do sal, são feitas algumas análises com a finalidade de quantificar, principalmente, teor de cálcio e magnésio presentes no sal. Essas análises são feitas geralmente através de titulometria utilizando o EDTA, entretanto pode-se aplicar a técnica de Espectrofotometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS) a fim de um resultado mais criterioso. Dessa forma, o presente trabalho tem o objetivo de detalhar o processo produtivo do sal e analisar os teores de cálcio e magnésio utilizando a técnica de FAAS, com o propósito de garantir a qualidade do sal da empresa Salinor, localizada em Mossoró-RN.

Palavras-chave: Análise físico-química. Espectrofotometria de Absorção Atômica. Sal.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Terminal Salineiro de Areia Branca	18
Figura 2 - Fluxograma do processo produtivo da Salinor	19
Figura 3 - Transportes da Colheita: Motoniveladora	23
Figura 4 - Transportes da Colheita: Colhedeira	24
Figura 5 - Transportes da Colheita: TS Transportadora de Sal	24
Figura 6 - Processo de lavagem do sal	25
Figura 7 - Esteira de aço	26
Figura 8 - Processo de cura do sal	26
Figura 9 - Classificação do sal	27
Figura 10 - Espécies de mangues plantados na Salinor	29
Figura 11 - Mudas de plantas nativas	29
Figura 12 - Processo de absorção atômica	31
Figura 13 - Comprimentos de onda do espectro visível	33
Figura 14 - Amostras de 25 g para determinação de Ca e Mg	45
Figura 15 - Elementos determinados por AAS e AES	47
Figura 16 - Pontos de barça - Comparativo de massas (Teor de Ca)	52
Figura 17 - Pontos de barça - Comparativo de massas (Teor de Mg)	53
Figura 18 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Ca)	54
Figura 19 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Mg)	54
Figura 20 - Pontos do Navio 21 - Comparativo de massas (Teor de Ca)	55
Figura 21 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Mg)	55
Figura 22 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Ca)	56
Figura 23 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Mg)	57
Figura 24 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca IQ)	59
Figura 25 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca SC)	59
Figura 26 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Mg IQ)	59
Figura 27 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Mg SC)	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades gerais do Cloreto de sódio	16
Tabela 2 - Tipos de Espectrometria de Absorção Atômica	32
Tabela 3 - Tipos de Indústria que utilizam a análise de AAS	32
Tabela 4 - Comprimentos de onda e a cor correspondente no espectro visível.....	33
Tabela 5 - Tipos de Chama no FAAS.....	34
Tabela 6 - Limite de umidade para cada tipo de sal	39
Tabela 7 - Condições para análise da umidade no sal	39
Tabela 8 - Especificações do navio ZINA.....	43
Tabela 9 - Preparação da curva de calibração: Cálcio	46
Tabela 10 - Preparação da curva de calibração: Magnésio.....	46
Tabela 11 - Teor de Ca e Mg no navio ZINA.....	48
Tabela 12 - Comparativo: Concentração versus massa	51
Tabela 13 - Pontos de barça - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)	52
Tabela 14 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)	53
Tabela 15 - Pontos do Navio 2 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)	55
Tabela 16 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)	56
Tabela 17 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca e Mg)	58
Tabela 18 - Comparativo de vidrarias (2,5 g x 25 g).....	60

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. OBJETIVOS.....	14
2.1. Objetivos Gerais	14
2.2. Objetivos Específicos	14
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3.1. Cloreto de Sódio	15
3.2. Processo produtivo do sal	16
3.3. Salinor.....	17
3.3.1. Produção de sal na Salinor.....	18
3.3.2. Tipos de Sal	27
3.3.3. Salinor e Responsabilidade Ambiental.....	28
3.4. Espectrofotometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS)	30
4. ATIVIDADES REALIZADAS.....	36
4.1. Análises Físico-Químicas do Sal	36
4.1.1. Determinação do Cálcio e Magnésio.....	36
4.1.2. Determinação do teor de sulfatos	38
4.1.3. Determinação da umidade	39
4.2. Análises Físico-Químicas da Salmoura	40
4.2.1. Determinação de Cálcio, Magnésio e Cloretos	40
4.2.2. Determinação de pH	42
4.2.3. Determinação da densidade	42
4.3. Análises de Cálcio e Magnésio utilizando o FAAS.....	43
4.3.1. Otimização das análises de Cálcio e Magnésio utilizando o FAAS.....	49

4.3.2.	Resultados do procedimento proposto – otimização para análises	52
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	62
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	63

1. INTRODUÇÃO

O cloreto de sódio (NaCl) é uma das substâncias mais abundantes na natureza, encontrado-se puro, branco e um sólido cristalino nas condições normais. É conhecido popularmente como sal de cozinha e é um composto iônico constituído pelos elementos sódio e cloro. Este é uma substância essencial para a vida humana e indispensável aos animais. É possível observar a importância do papel desempenhado pelo sal, através dos registros da história da humanidade (INÁCIO et al., 2006). É também utilizado como veículo para garantir o suprimento adequado de iodo à população, que deve ser obrigatoriamente adicionado na proporção estabelecida pelo Ministério da Saúde.

O sal pode ser classificado de acordo com a sua composição e processamento (comum, refinado e marinho) e características dos grãos (grosso, peneirado, triturado e moído), cada qual com suas especificações definidas pela legislação (CARDOSO; BERLANDA; STOLBERG, 2014). A exploração mineira do sal é feita em depósitos subterrâneos de origem sedimentar, antigos lagos ou veios de água salgada. Porém, a principal proveniência do sal é da água do mar, devido à alta concentração de NaCl presente em águas marítimas. Neste caso, a exploração é feita a céu aberto e em grande escala nas salinas, por evaporação natural ao sol e ao vento (TEIXEIRA et al., 2007).

O sal marinho já foi produzido em todo o litoral brasileiro desde o Pará até o Rio de Janeiro. No entanto, o maior potencial do ponto de vista climático está na Costa Semiárida do Nordeste, fato que motivou emprego de significativos investimentos nesta área, especialmente no Litoral Setentrional Potiguar.

O Rio Grande do Norte encontra-se entre os maiores produtores de sal marinho por evaporação solar. O estado apresenta uma série de aspectos naturais como relevo, clima, solo, ventos apropriados e uma grande quantidade de água marinha que favorecem a produção do sal via evaporação solar (COSTA, 2013).

No mercado nacional, a produção salineira potiguar é destinada ao mercado de consumo humano, pecuarista e para as indústrias químicas. A indústria salineira no Estado compreende uma área de extensão de aproximadamente 250 km².

Uma das salinas responsável pela produção de sal no Brasil é a SALINOR – Salinas do Nordeste S/A. Esta produz aproximadamente 45% de todo sal marítimo produzido no país,

sendo a maior produtora de sal do Brasil. Suas instalações estão situadas no município de Macau e Mossoró, no estado do Rio Grande do Norte.

Após o processo de cura do sal, é de extrema importância a análise de alguns parâmetros do sal, garantindo a qualidade do mesmo. A qualidade do sal marinho é, geralmente definida pelos teores de cálcio, magnésio, sulfatos e insolúveis presentes no sal (CÂMARA, 1999). O laboratório de qualidade é responsável por essa análise, atendendo aos critérios exigidos pela legislação e clientes. O procedimento mais comum utilizado pelas indústrias salineiras, para a quantificação desses elementos, é a titulação com EDTA. Porém, visando um resultado mais preciso e confiável, implantou-se recentemente a técnica de Espectrofotometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS – do inglês Flame Atomic Absorption Spectrometry) no laboratório de qualidade da Salinor. Essa técnica é utilizada para amostras específicas, como por exemplo, sal para exportação marítima.

O presente trabalho abordará o processo produtivo do sal e a análise dos teores de cálcio e magnésio utilizando a FAAS, com o propósito de garantir a qualidade do sal da empresa Salinor, localizada em Mossoró-RN.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivos Gerais

Descrever o processo produtivo do sal e realizar análises físico-químicas para determinação da qualidade do sal produzido pela SALINOR – Salinas do Nordeste S/A, situada na cidade de Mossoró-RN.

2.2. Objetivos Específicos

- Descrever o processo de extração do sal, iniciando pela captação das águas, seguindo para evaporação, cristalização, colheita e lavagem até o processo de cura.
- Analisar pH, densidade e teor de cálcio, magnésio e cloreto das águas de captação, salmouras dos cristalizadores, lavadores e esteira de aço.
- Controlar a qualidade do sal das pilhas de estocagem, embarque e distribuição, realizando análise de determinação de teor de cálcio, magnésio, umidade e granulometria do sal.
- Quantificar o do teor de cálcio e magnésio no sal produzido através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS).
- Propor uma otimização no procedimento usual de análises por FAAS.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Cloreto de Sódio

Cloreto de sódio, comumente chamado de sal, encontra-se na natureza puro e cristalino e é constituído por 60,66 % do elemento cloro (Cl) e 39,34 % do elemento sódio (Na) (SALT INSTITUTE, 2018). A produção e utilização do sal remontam ao início da civilização, como por exemplo no Egito, cerca de 4000 anos antes da era Cristã, em que a salga dos alimentos já era bastante difundida. Gregos e romanos utilizavam o sal também como moeda para suas transações comerciais - compra e venda de produtos. Uma curiosidade é que a palavra “Salário” deriva do sal (SALINOR, 2018).

O sal é fundamental para a saúde dos seres humanos, pois além de ser utilizado nos mais diversos preparos e industrialização dos alimentos, o iodo pode ser veiculado através deste, devido à sua característica de ser ingerido com frequência em pequenas quantidades (INÁCIO et al., 2007). O déficit no consumo do iodo pode acarretar vários problemas na gestação (aborto, má formação do feto), infância (alterações das funções psicomotoras, atraso no crescimento) e na idade adulta (bócio, causada pela glândula tireoide) (INMETRO, 2004).

Além do consumo humano e animal, o sal também é utilizado em muitos setores da indústria química. É utilizado na produção de cloro, soda cáustica, barrilha, têxteis, celulose, entre diversos outros produtos da indústria química. O sal está presente na composição de 104 dos 150 produtos químicos mais importantes. É também uma das 5 matérias-primas básicas que condicionam, direta ou indiretamente, quase toda a moderna indústria química (QUÍMICA, 2018). A Tabela 1 indica a composição e propriedades gerais do cloreto de sódio.

Tabela 1 - Propriedades gerais do Cloreto de sódio.

Formula Molecular	NaCl
Massa Molar	58,44 g/mol
Massa específica	2,165 g/cm ³
Ponto de fusão	1074 K
Ponto de ebulição	1738 K
Aparência	Branco
Odor	Inodoro
Estrutura Cristalina	Cúbica de face centrada
Solubilidade	1 g em 3 mL de água

Fonte: Adaptado de SALT INSTITUTE, 2018.

3.2. Processo produtivo do sal

Os maiores produtores de sal do mundo são China e Estados Unidos, sendo responsáveis por cerca de 40 % da produção total anual. O sal pode ser obtido através da salmoura de poços, mineração do sal gema, e evaporação solar. Dentre elas, esta última é a mais utilizada em todo o mundo e é a menos onerosa quando favorecida por clima seco e ventos fortes (SALT INSTITUTE, 2018).

Neste caso, a exploração é feita a céu aberto e em grande escala nas salinas, por evaporação natural ao sol e ao vento (TEIXEIRA et al., 2007). O clima desempenha um papel fundamental, pois é responsável por elevar a concentração da salmoura até 25,6 °Bé, pronto para a área de cristalização. Essa medição chamada de Grau Baumé (°Bé) é uma escala hidrométrica utilizada para verificar, de forma simples, a densidade de líquidos. Foi criada pelo químico francês Antoine Baumé e é utilizada em diversos processos industriais que requerem tal medição para garantir a eficiência do processo e qualidade do produto final (ALVES, 2010). Baumé utilizou água pura e soluções de cloreto de sódio para definir os pontos da escala, sendo dividida em líquidos mais leves que a água e líquidos mais pesados que a água.

A produção de sal a partir da evaporação da água do mar/estuários envolve 4 (quatro) estágios principais: captação da água, evaporação da água, cristalização do sal, e colheita e lavagem do sal (HERU, NUR e GUNAWAN, 2015).

Na primeira etapa da produção, a salmoura é captada do mar/estuários e então direcionada até os tanques de evaporação por bombeamento ou gravidade. A salmoura então inicia o processo gradativo de evaporação, ao longo do circuito, aumentando a concentração de sais até se atingir uma salmoura com saturação de 240 g de sais/L de salmoura (24 °Bé), sendo então direcionada para os cristalizadores até atingir 28 °Bé, estando no fim do processo de obtenção do cloreto de sódio (DE MEDEIROS, 2011). Ao atingir uma lâmina significativa de sal, este é colhido, lavado e enviado para área de estoque. Para cada tonelada de sal produzida, utiliza-se aproximadamente 45 m³ de água do mar que foi inicialmente bombeada.

3.3. Salinor

A Salinor – Salinas do Nordeste S/A foi fundada em 1961 por Antônio Florêncio de Queiroz, localizada na BR 110 S/N Km 15 (ANEXO A). A Salinor nem sempre recebeu este nome, antes chamada SOSAL, fazia parte de um grupo de salinas denominado CIRNE (Companhia Industrial do Rio Grande do Norte). A SOSAL foi vendida na década de 60 para a Morton Norwich Products, uma das maiores produtoras de sal mundialmente, localizada em Chicago, EUA. Apenas em 2003, a SOSAL passou a ser chamada de Salinor – Salinas do Nordeste S/A, com José Carlos Mandarinho à frente da administração da empresa (COSTA et al., 2013)

A Salinor é a maior produtora de sal do Brasil, responsável por mais de 45% da produção nacional de sal marinho. Suas salinas estão localizadas nas cidades de Macau e Mossoró, no Rio Grande do Norte, onde as condições climáticas (clima seco e ventos fortes) e pluviométricas são singulares para a produção do sal por evaporação solar. Possui escritório central no Rio de Janeiro e sede em Macau. A Salinor localizada em Mossoró é dividida em duas salinas: Francisco Menescal e Guanabara, responsáveis por 1,25 milhões de toneladas de sal por ano, enquanto a de Macau é a Unidos, responsável por cerca de 1,25

milhões de toneladas de sal. Somando a produção total das três salinas, são 2,5 milhões de toneladas de sal por ano comercializado em todo o Brasil e ainda em outros países, como Estados Unidos, Nigéria e Camarões. A refinaria de sal e unidades de moagem são localizadas na salina de Macau, enquanto Mossoró dispõe de unidades de moagem. Além de refinaria e unidades de moagem, a Salinor conta com o embarque marítimo. As barcas são responsáveis pelo transporte do sal da Salinor de Mossoró e Macau até o Porto-Ilha.

O Terminal Salineiro de Areia Branca, também chamado de Porto-Ilha, foi fundado em 1974 pelo Ministério dos Transportes, localizado a 16 km da costa marítima da cidade de Areia Branca. O Porto-Ilha é responsável pelo descarregamento das barcas, que transporta o sal das salinas, e o carregamento dos navios, enviando sal para outros estados do Brasil e outros países.

A Figura 1 representa uma parte do Terminal Salineiro e o carregamento de um dos navios para a exportação do sal.

Figura 1 - Terminal Salineiro de Areia Branca



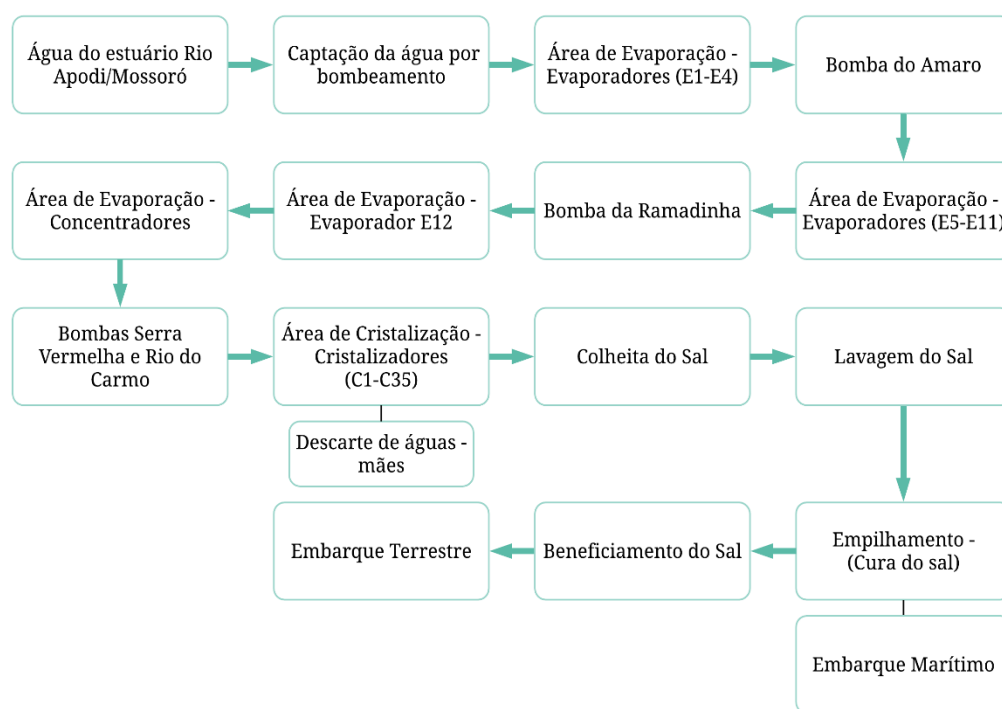
Fonte: Autoria Própria, 2018.

3.3.1. Produção de sal na Salinor

Para a produção do sal é necessário levar em consideração 3 pontos importantes, são eles: disponibilidade da matéria-prima, condições de clima e solo com baixa impermeabilidade (OLIVEIRA, 2018; RIBEIRO, 2018). O processo

produtivo do sal na Salinor, tem início no bombeamento da água do estuário. Em seguida, essa água passa pela área de evaporação que é dividida em mais duas outras áreas: evaporação e concentração. Após o processo da evaporação, a salmoura é encaminhada para os cristalizadores, onde ocorre a formação e precipitação do cloreto de sódio, e só então o sal é colhido, lavado e empilhado. No processo de empilhamento, chamado de cura do sal, este pode ser direcionado tanto para a venda no embarque terrestre, como no embarque marítimo (SALINOR, 2018). A Figura 2 representa o processo produtivo do sal através de um fluxograma.

Figura 2 - Fluxograma do processo produtivo da Salinor



Fonte: Autoria Própria, 2018.

3.3.1.1. Captação da água

O processo de produção do sal se inicia com a captação da água do Rio Apodi/Mossoró, com uma salinidade entre 3,5 – 5,0 °Bé. A captação da água conta com 3 (três) bombas: 2 (duas) bombeando água efetivamente e 1 (uma) reserva. A água então é captada a partir de 2 (duas) bombas com vazão de 2500

L/s. As bombas trabalham 18 (dezoito) horas por dia durante 8 (oito) meses no ano. Essa água é direcionada até a área de evaporação, onde ocorre a precipitação dos sólidos em suspensão e aumento da salinidade da salmoura.

3.3.1.2. Área de Evaporação - Evaporadores e Concentradores

Na área de evaporação, os sólidos em suspensão precipitam e a salmoura percorre toda a área com o objetivo de aumentar a concentração de sais. Nesta etapa, os ventos e a taxa de evaporação são de extrema importância (ANDRADE, 2015). O vento possui grande efeito na evaporação, pela agitação e efeito na magnitude livre do líquido, além de influenciar na capacidade de dissipação do vapor. As taxas de evaporação são bem mais intensas nos primeiros estágios do percurso da água na salina do que no final do percurso, pois a taxa de evaporação é inversamente proporcional a salinidade da salmoura. Em outras palavras, a taxa de evaporação decresce com o aumento da concentração de sais presentes na salmoura (CÂMARA, 1999). A umidade relativa do ar e as diferenças de temperatura influenciam nas taxas de evaporação, ou seja, as taxas de evaporação de uma salmoura variam com as condições do ambiente.

A área de Evaporação da Salinor é dividida entre evaporadores e concentradores. A salina Francisco Menescal conta com 12 (doze) evaporadores e 2 (dois) concentradores, enquanto a de Guanabara conta com 4 (quatro) evaporadores e 3 (três) concentradores. Nos concentradores, com uma densidade de aproximadamente 13-25 °Bé, os carbonatos e em seguida os sulfatos começam a se precipitar, como por exemplo o sulfato de cálcio, em grande quantidade, que é utilizado na própria indústria e/ou vendido para outras indústrias.

A água é bombeada para o evaporador 1 (E1) e segue até o evaporador 3 (E3) por meio da gravidade. A partir do terceiro evaporador, há um controle de comportas, e estas abrem e/ou fecham a partir da necessidade de cada evaporador. A salmoura segue para o evaporador 4 também por gravidade.

No evaporador 4 (E4) é utilizado uma bomba, chamada de Bomba do Amaro, responsável por bombear a salmoura até o evaporador 11 (E11). A salmoura segue do E11 até o E12 (evaporador 12) por bombeamento, bomba da Ramadinha, chegando ao último estágio da evaporação com uma densidade de aproximadamente 14 °Bé. Todo o percurso efetuado pela salmoura, através desses 12 (doze) evaporadores, tem o intuito de colaborar e agilizar o processo da evaporação, pois a salmoura fica exposta por mais tempo às condições climáticas, sol e ventos fortes (ALBUQUERQUE JÚNIOR, 2018).

Na área de evaporação, além dos evaporadores, a Salinor dispõe de concentradores que são reservatórios onde há o aumento da salinidade da salmoura, mas acontece a deposição de carbonatos e sulfatos. Os carbonatos são precipitados, em pequenas quantidades, a partir de 12 °Bé, e então os sulfatos, como o sulfato de cálcio, começam a se precipitar com aproximadamente 13 °Bé até 25 °Bé. O sulfato de cálcio (CaSO_4), popularmente conhecido como carago ou malacacheta, é aproveitado pela salina para construir e prestar manutenção às estradas que dão acesso a área de produção. O sulfato de cálcio pode ainda ser vendido para outras indústrias, como a indústria do cimento.

Nos concentradores, a salmoura passa um maior tempo de residência até atingir uma densidade de aproximadamente 25 °Bé para ser bombeada à área de cristalização. A salmoura acumulada possui a mais alta concentração e a mais baixa taxa de evaporação (CÂMARA, 1999). Os concentradores são de extrema importância, pois eles garantem o fluxo regular para alimentação adequada dos cristalizadores.

É no processo de evaporação que são eliminados contaminantes, sólidos em suspensão e matéria orgânica, por meio de precipitação e pela ação das artêmias, pequenos crustáceos que agem como filtro biológico, absorvendo todos os microrganismos, purificando e garantindo a qualidade da salmoura (SALINOR, 2018).

3.3.1.3. Área de Cristalização – Cristalizadores

A área de cristalização da salina Francisco Menescal é formada por 35 cristalizadores e a salina Guanabara por 14. A salmoura é direcionada até a área de cristalização com uma salinidade de 25 °Bé (250 g de sais/L de salmoura), iniciando assim o processo de precipitação do cloreto de sódio (NaCl), formando os primeiros cristais de sal. Estes cristais são minúsculos, se formam na superfície do líquido e são sustentados pela tensão superficial, até que crescem e seu peso aumenta, vencendo a tensão superficial e afundando na superfície do fundo do cristalizador (CÂMARA, 1999).

Segundo Baseggio (1974), a partir de 28 °Bé inicia a precipitação de sais indesejados, como o Sulfato de Magnésio ($MgSO_4$), Cloreto de Magnésio ($MgCl_2$) e Brometo de Sódio (NaBr). Ocorre ainda o aumento da concentração de cloro e potássio, podendo vir a comprometer a qualidade do sal produzido. Então, ao atingir a salinidade de 28 °Bé, a salmoura é drenada, passando a ser chamada de água-mãe.

A salmoura drenada pode voltar para o rio quando a maré está alta, ou pode ser redirecionada para área de evaporação, unindo-se à salmoura do concentrador. A água-mãe pode ainda ser encaminhada para indústrias que a reutilizam para obtenção de outros produtos (CÂMARA, 1999).

3.3.1.4. Colheita e Lavagem do sal

A lâmina de sal cresce aproximadamente 3 cm por mês e, ao atingir 15 cm de altura a colheita do cristalizador já se torna viável. Segundo Câmara (1999), a programação da colheita tem muita importância na produtividade e, sob este aspecto, é pertinente que o tempo de colheita seja o mais reduzido possível.

O início do processo da colheita é a drenagem total da salmoura do cristalizador. Em seguida, o processo de escarificação da camada de sal é iniciado, deixando uma camada para que este não entre em contato direto com o solo e que o maquinário tenha suporte para transitar dentro do cristalizador. Essa

camada de sal é denominada de laje permanente, em que a cada colheita é necessário colher 10 cm a menos da laje de sal a colher, com a finalidade de suportar a laje permanente de sal. A colheita do sal conta com máquinas importantes na etapa, como motoniveladoras para escarificação (Figura 3), colhedoras (Figura 5), tratores, e esteiras móveis e motorizadas. Após a escarificação, o sal é colhido por um caminhão (Figura 4), carregando carretas para o encaminhamento à próxima etapa, a lavagem do sal.

Figura 3 - Transportes da Colheita: Motoniveladora



Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 5 - Transportes da Colheita: Colhedeira



Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 4 - Transportes da Colheita: TS Transportadora de Sal



Fonte: Arquivos Salinor.

A lavagem do sal consiste, principalmente, em remover uma parcela de insolúveis e sais depositados que está na superfície dos cristais, eliminar o material do piso do cristalizador ou das estradas, e a substituição da salmoura que envolvia os cristais, antes de entrar do lavador (Figura 6), pela salmoura de lavagem. Existem 2 lavadores, cada um com uma vazão de entrada de 200 ton/h, totalizando uma vazão de 400 ton/h. A salmoura ideal deve possuir uma salinidade próximo da saturação do cloreto de sódio (24.7 °Bé), evitando perdas devido a diluição exagerada, possuir baixos teores de cálcio e magnésio e ser límpida.

Figura 6 - Processo de lavagem do sal



Fonte: Autoria Própria, 2018.

A segunda etapa de lavagem acontece na esteira de aço (Figura 7), onde é realizada uma alimentação secundária com água do próprio rio, para lavagem do sal em contracorrente, utilizando chuveiros ou jatos de água. Estes são responsáveis pela diluição da salmoura de lavagem contida no sal, quanto maior for a diluição, menor é o teor de Mg, K e Br no sal.

Figura 7 - Esteira de aço



Fonte: Autoria Própria, 2018.

Após o processo de lavagem do sal, este é enviado para as pilhas para então passar pelo processo de cura, auxiliando no processo de redução da umidade do sal (Figura 8). O sal então é vendido para embarque terrestre ou embarque marítimo.

Figura 8 - Processo de cura do sal

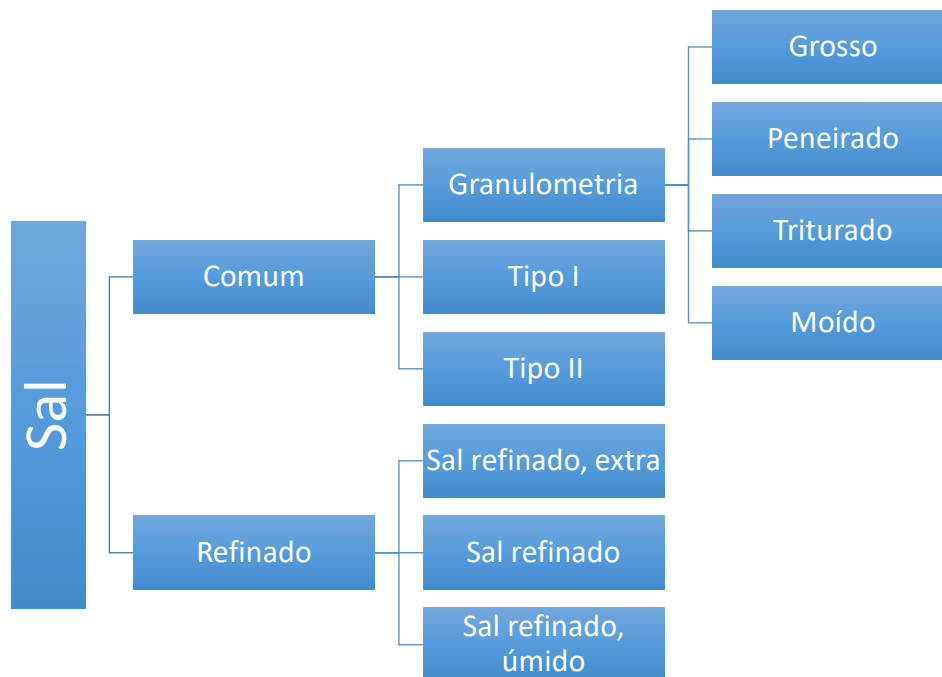


Fonte: Autoria Própria, 2018.

3.3.2. Tipos de Sal

O sal é classificado de acordo com sua composição: sal comum e sal refinado (Figura 9).

Figura 9 - Classificação do sal



Fonte: Autoria Própria, 2018.

De acordo com a Anvisa (1975), o sal comum é dividido em tipo I e tipo II, e quanto às suas características granulométricas pode ser dividido em grosso, peneirado, triturado e moído. Enquanto o sal refinado, divide-se em sal refinado extra, sal refinado, e sal refinado úmido.

A Salinor produz o sal comum e comercializa-o por embarque marítimo e terrestre. O sal é vendido para muitas indústrias químicas e exportado para outros países, como Estados Unidos, Camarões, e Nigéria.

A maior parte do sal exportado é do tipo sal comum, sendo utilizado para degelo (Estados Unidos), e consumo humano (Nigéria e Camarões).

O sal comercializado às indústrias é chamado de Sal da Indústria Química (IQ) ou sal químico. As indústrias de transformação utilizam esse sal como matéria-prima para obtenção de outros produtos, como derivados do cloro-alcalinos. O sal por evaporação solar possui algumas impurezas (Ca, Mg, Na_2SO_4) que podem provocar danos ao processo eletrolítico, causando entupimento e diminuição da vida útil do anodo (ALQUIMIA, 2017). A Salinor possui clientes que produzem cloro, ou seja, usam aparelhos com uma tecnologia sensível (células eletrolíticas de membrana, diafragma e mercúrio) que requerem um sal com baixos teores de cálcio e magnésio. Por esse motivo, os clientes da indústria química possuem protocolos para o sal que desejam comprar.

Na indústria química, alguns clientes exigem uma relação de 3 (três) Cálcio para 1 (um) Magnésio (3:1 ou 3/1), com teores máximos de 0,090 % de Cálcio e 0,030 % de Magnésio. Enquanto alguns ainda mais criteriosos com esses teores, exigem um teor máximo de 0,070 % de Cálcio e 0,012 % de Magnésio, chamado na salina por sal Indústria Química Especial (IQE). A produção do sal químico é a mesma para o sal comum, o que os diferencia é que durante o processo de cura, parte do sal que virá a se tornar químico, recebe uma chuva artificial ou natural, diminuindo as quantidades de cálcio, e principalmente de magnésio presentes no sal.

3.3.3. Salinor e Responsabilidade Ambiental

A Salinor, além de garantir a qualidade do sal produzido, busca desenvolver projetos visando a conscientização e conservação do meio ambiente. Apresenta-se a seguir alguns dos projetos realizados pela empresa.

- Programa limnológico do estuário Rio Apodi/Mossoró: Análise dos aspectos químicos, físicos, biológicos e ecológicos da área, para a avaliação da situação local, caso haja problemas, recorrer à uma ação de reconstituição da agressão provocada;

- Projeto de recuperação do manguezal no estuário do Rio Apodi/Mossoró: Realiza o plantio de mudas de mangue plantadas nas áreas de onde o mangue está danificado;

Figura 10 - Espécies de mangues plantados na Salinor



Fonte: Arquivos Salinor

- Projeto margem viva: Realiza o plantio da vegetação local na cidade de Mossoró, a fim de compensar a área utilizada pela salina;

Figura 11 - Mudanças de plantas nativas



Fonte: Arquivos Salinor

- Curso de educação ambiental: Capacita os novos funcionários com um curso de educação ambiental para que sejam educados a seguir a política ambiental implantada pela empresa;
- Licenciamento ambiental: Garante que a empresa siga à risca as condicionantes do Instituto de Desenvolvimento Sustentável e Meio Ambiente do Rio Grande do Norte, são elas: descarga de salmouras no Rio Mossoró na maré vazante por um período máximo de 5 horas diárias; encaminhamento semestral dos relatórios contendo os laudos das análises das águas de captação, drenagem das salmouras dos cristalizadores e salmouras da lavagem do sal, provando o cumprimento dos teores estabelecidos.

3.4. Espectrofotometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS)

A espectrofotometria é um processo de medida em que emprega as propriedades do átomo e molécula de absorver e/ou emitir energia eletromagnética em uma das regiões do espectro eletromagnético (FIGUEIRÊDO, 2008). Em outras palavras, este é um processo que mede a intensidade e propriedades físico-químicas na absorção ou emissão da energia radiante incidente em uma amostra. A lei que rege a espectrofotometria é a Lei de Beer-Lambert, ou simplesmente Lei de Beer, em que relaciona transmitância, concentração dos componentes absorvidos e caminho ótico, representada pela Equação (1)

$$A = \varepsilon * b * c \quad (1)$$

Sendo:

A : Absorbância

ε : Coeficiente de absorção ou absortividade

b : Caminho ótico

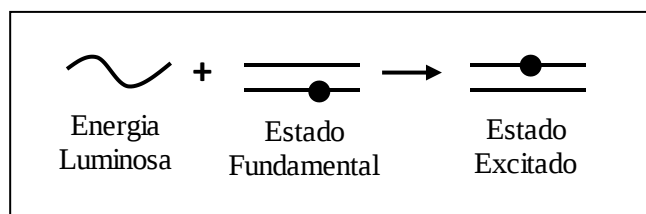
c : Concentração

Em 1740, Newton realizou pela primeira vez uma observação espectroscópica, descobrindo que a radiação da luz branca dividia-se em outras cores ao passar por um prisma (LAJUNEN, 1991). A espectrofotometria é dividida em três tipos: Astronômica, de Absorção Atômica e no Infravermelho, em que será discutido mais a fundo os princípios e análises na espectrometria de absorção atômica (AAS).

A absorção atômica é um método analítico usado para a determinação de elementos em pequena quantidade, devido à sua alta precisão nos resultados. Baseia-se na absorção de energia de radiação por átomos livres (LAJUNEN, 1991). Na segunda metade do século XIX, os primeiros espectroscópios de absorção atômica foram desenvolvidos. Alan Walsh foi o responsável pelo método de análise química por absorção atômica que revolucionou a análise quantitativa em 1952 (BORGES et al., 2005). Por sua alta sensibilidade, a absorção atômica têm sido uma das principais ferramentas utilizadas na Química Analítica (HARRIS, 2007).

Através do vapor atômico, a radiação de comprimento de onda característico do elemento em interesse é emitida. Csuros e Csuros (2000) explica que os átomos absorvem parte desta radiação, sendo medida e a partir do valor obtido é possível a determinação da concentração do elemento presente na amostra em estudo. O processo de absorção atômica pode ser descrito pela figura abaixo.

Figura 12 - Processo de absorção atômica



Fonte: Adaptado de PerkinElmer, 1996.

Os átomos do “estado fundamental” alcançam o “estado excitado” absorvendo energia luminosa de um comprimento de onda específico. Ao aumentar o número de átomos presentes no caminho ótico, pode-se aumentar a quantidade de radiação absorvida. Medindo-se a variação da quantidade de luz transmitida, é possível determinar quantitativamente o analito presente (FIGUEIRÊDO, 2008). Na técnica

de absorção atômica, fontes especiais de luz conjugadas com sistemas eficientes de seleção de comprimentos de onda permitem a determinação específica de elementos.

A espectrometria de absorção atômica é dividida de acordo com a indústria e o elemento de interesse da análise, descrito pelas tabelas a seguir.

Tabela 2 - Tipos de Espectrometria de Absorção Atômica

Tipos de AAS
Chama: aproximadamente 64 elementos
Forno: aproximadamente 55 elementos
Geração de hidretos: 8 elementos
Vapor frio: 1 elemento (Hg)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Tabela 3 - Tipos de Indústria que utilizam a análise de AAS

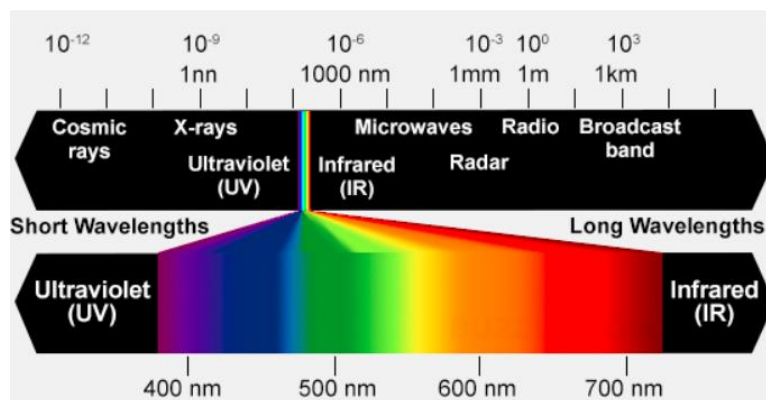
Tipos de AAS
Ambiental: Solos, águas, plantas, sedimentos
Clínica: Urina, cabelo, outros fluidos
Alimentos: Enlatados
Industrial: Fertilizantes, lubrificantes, minérios

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Através de um nebulizador, parte da amostra líquida é aspirada, transformando-se em pequenas gotículas. Estas são encaminhadas para a chama, onde o solvente é evaporado, produzindo partículas secas. No último estágio, os átomos são separados, formando as espécies absorventes (FIGUEIRÊDO, 2008; ZMOZINSKI, 2010). Uma das principais fontes de radiação é a lâmpada de cátodo oco (HCL – Hollow Cathode Lamp), que permite a excitação dos elementos capazes de emitir radiação na região visível e ultravioleta do espectro eletromagnético (KRUG; NÓBREGA; OLIVEIRA, 2014). Os sais metálicos foram identificados por sua cor (Figura 13) representativa na chama de acordo com o comprimento de onda

(LAJUNEN, 1991). Essa técnica utilizando a chama é denominada de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (FAAS).

Figura 13 - Comprimentos de onda do espectro visível



Fonte: ScienceStruck, 2018.

Tabela 4 - Comprimentos de onda e a cor correspondente no espectro visível

	Cor	Comprimento de onda (nm)
F	Ultravioleta	<400
	Violeta	400-450
	Azul	450-495
	Verde	495-570
	Amarelo	570-590
	Laranja	590-620
	Vermelho	620-750
	Infravermelho	>760

Fonte: Adaptado de ScienceStruck, 2018.

Em outras palavras, a FAAS como o próprio nome diz utiliza uma chama para converter a amostra líquida em um gás combustível, um gás oxidante, e à alta temperatura. As condições estão representadas pela Tabela 5.

Tabela 5 - Tipos de Chama no FAAS

Gás combustível	Gás oxidante	Temperatura (°C)
Gás natural	Ar	1700-1900
Gás natural	Oxigênio	2700-2800
Hidrogênio	Ar	2000-2100
Hidrogênio	Oxigênio	2550-2700
Acetileno	Ar	2100-2400
Acetileno	Oxigênio	3050-3150
Acetileno	Óxido nitroso	2600-2800

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Algumas das desvantagens da técnica são o custo elevado de seus equipamentos e instrumentos, além da necessidade de muita atenção e rigor durante a preparação das análises. Neste tipo de análise, assim como outras análises em que a amostra é introduzida por nebulização (ICP OES e ICP MS), podem ocorrer efeitos de matriz, ocasionando erros nos resultados. Devido a variação na viscosidade ou tensão superficial da solução, poderá ocorrer interferências no transporte da mesma, influenciando na eficiência de seu transporte até a chama, e portanto na quantificação do analito na chama (ZMOZINSKI, 2010). Alterações na temperatura da chama, na taxa de aspiração da solução, na composição da amostra, entre outros fatores podem conduzir a erros nos resultados analíticos.

As interferências podem ser identificadas através de estratégia experimental (diluição), estratégia instrumental (usar outro comprimento de onda), avaliação dos resultados obtidos para amostras certificadas, avaliação da recuperação do analito adicionado, avaliação das curvas analíticas obtidas na

ausência e presença da amostra (adição do analito). A supressão de tais interferências pode ser feita através de troca da chama, uso de agentes sequestrantes, como Lantânio (La) e Estrôncio (Sr), uso de agentes protetores (EDTA), separações químicas (preparação da amostra), compatibilização de matriz, adição do analito (SCHIAVO, 2013).

Apesar de algumas desvantagens, a FAAS é uma excelente técnica quantitativa que permite o reconhecimento de metais e alguns não metais, presentes em uma amostra, e a quantificação dos elementos, mesmo em baixas concentrações (JULIANO, 2013). Algumas determinações típicas são: magnésio e cálcio na água encanada, vanádio em óleo lubrificante e traços de elementos em solos contaminados.

4. ATIVIDADES REALIZADAS

As atividades realizadas durante o período de estágio foram no Laboratório de Qualidade da Salinor de Mossoró, na salina Francisco Menescal. O laboratório é responsável pelas análises físico-químicas e controle de qualidade do sal, analisando a matéria-prima (águas de captação do Rio Mossoró) na entrada, até as águas mães (águas de descarte), no fim do processo, garantindo a produção de um sal de alta qualidade. Quantificou-se o Cálcio e Magnésio utilizando a técnica de Espectrometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS) nas amostras de sal para exportação, além de propor uma otimização no processo de análises dessa técnica.

4.1. Análises Físico-Químicas do Sal

Nas análises físico-químicas do sal foram determinados os teores de Ca, Mg, SO_4 , umidade e granulometria.

4.1.1. Determinação do Cálcio e Magnésio

A quantidade de Ca e Mg presentes no sal é muito importante, pois há consumidores da indústria química que são bastante exigentes, requisitando um sal com baixos teores de Ca e Mg. A preparação da amostra a ser analisada é análoga para o Ca e Mg.

- Pesou-se 25 g de sal produzido na Salinor;
- Diluiu-se o sal pesado com aproximadamente 200 mL de água destilada, sob agitação magnética;
- Transferiu-se a solução para um balão volumétrico de 250 mL e aferiu-se o menisco;
- Transferiu-se uma alíquota de 10 mL da amostra diluída para um erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionou-se 25 mL de água destilada ao erlenmeyer.

A partir de agora as análises de cálcio se diferem das de magnésio, reagentes diferentes, indicadores diferentes, além do cálculo dos teores.

- Cálcio
 - Adicionou-se 5 mL de Hidróxido de Sódio 20% (NaOH);
 - Adicionou-se uma pitada do reagente para identificar a presença de cálcio na amostra, o ácido calcon carboxílico;
 - Titulou-se com EDTA 0,01 M até a viragem de roxo para azul;
 - Anotou-se o volume gasto de EDTA 0,01 M na titulação (V_3);
 - Calculou-se a percentagem de Ca com a fórmula abaixo.

$$\%Ca^{2+} = \frac{V_3 \times M_{EDTA} \times f_{EDTA} \times m_{eCa^{2+}} \times 100}{M_a \times \frac{V_a}{V}} \quad (2)$$

Sabendo que:

V_3 = Volume de EDTA (ml) gasto na titulação para o cálcio

M_{EDTA} = molaridade do EDTA (0,01M)

f_{EDTA} = Fator de correção da solução de EDTA

$m_{eCa^{2+}}$ = miliequivalente grama do cálcio (0,04008 g)

M_a = Massa da amostra (25 g)

V_a = Volume da alíquota analisada (10 mL)

V = Volume total da diluição (250 mL)

- Magnésio
 - Adicionou-se 10 mL da solução tampão pH 10;
 - Adicionou-se o indicador de magnésio na amostra, o negro de eriocromo;

- Titulou-se com EDTA 0,01 M até a viragem para azul nítido.
- Calculou-se a percentagem de Mg com a fórmula abaixo.

$$\%Mg^{2+} = \frac{(V_4 - V_3) \times M_{EDTA} \times f_{EDTA} \times m_{eCa^{2+}} \times 100}{M_a \times \frac{V_a}{V}} \quad (3)$$

Sabendo que:

V_3 = Volume de EDTA (mL) gasto na titulação do Ca^{2+}

V_4 = Volume de EDTA (mL) gasto na titulação do Ca^{2+} e Mg^{2+}

M_{EDTA} = molaridade do EDTA (0,01 M)

f_{EDTA} = Fator de correção da solução de EDTA

$m_{eMg^{2+}}$ = miliequivalente grama do cálcio (0,02432 g)

M_a = Massa da amostra (25 g)

V_a = Volume da alíquota analisada (10 mL)

V = Volume total da diluição (250 mL)

4.1.2. Determinação do teor de sulfatos

Os sulfatos de cálcio e magnésio são as principais impurezas contidas no sal. Logo, o íon SO_4 estará sempre presente nas proporções correspondentes à soma de suas associações com os íons Ca e Mg. De acordo com Baseggio (1974), sabendo os teores de Ca e de Mg presentes no sal, e suas massas moleculares correspondentes, pode-se calcular o teor de sulfato pela Equação (4):

$$SO_4 = 2,4 \times Ca + 1,3 \times Mg \quad (4)$$

4.1.3. Determinação da umidade

A umidade é um dos parâmetros a ser analisado para verificar a qualidade do sal, pois muitos clientes exigem um limite de umidade. No caso do sal comum (tipo I e tipo II), o valor máximo é de 3%. Na Tabela 6 mostra os limites de umidade para cada tipo de sal.

Tabela 6 - Limite de umidade para cada tipo de sal

Tipo de Sal	Umidade (Valor máximo)
Tipo I	2,500
Tipo II	3,000
Refinado extra	0,100
Refinado	0,200
Refinado úmido	4,000

Fonte: Adaptado de Anvisa, 1975.

O controle da umidade na Salinor é realizado através de uma balança de umidade do fabricante Sartorius MA35. Este é responsável por medir a quantidade exata de umidade presente na amostra. O determinador de umidade opera sob condições de temperatura, massa e tempo, representados assim na Tabela 7.

Tabela 7 - Condições para análise da umidade no sal

Temperatura (°C)	150
Massa (g)	5
Tempo (min)	5

Fonte: Autoria Própria, 2018.

4.2. Análises Físico-Químicas da Salmoura

Além das análises para garantir a qualidade do sal produzido na salina, se torna imprescindível a análise da matéria-prima (água de captação do Rio Apodi/Mossoró), acompanhamento das salmouras dos cristalizadores, salmouras de lavagem (lavador e esteira de aço), e ainda as águas mães drenadas para o Rio. Essas análises são realizadas a fim de controlar a produção e o cumprimento das especificações quanto a legislação vigente. As principais análises realizadas nas salmouras são teor de Cálcio, Magnésio, Cloretos, densidade ($^{\circ}\text{Bé}$) e pH.

4.2.1. Determinação de Cálcio, Magnésio e Cloretos

O procedimento para determinação dos teores de cálcio, magnésio e cloretos, presentes em uma salmoura, é realizado de forma análoga a partir da mesma amostra de salmoura.

- Retirou-se 25 mL da solução a ser analisada;
- Diluiu-se em um balão volumétrico de 250 mL e aferiu-se o menisco.

- Cálcio
 - Adicionou-se 50 mL de água destilada à um erlenmeyer de 250 mL;
 - Adicionou-se uma alíquota de 10 mL da solução do balão de 250 mL;
 - Adicionou-se 5 mL de Hidróxido de Sódio 20 %;
 - Colocou-se uma pitada do indicador calcon carboxílico;
 - Titulou-se com EDTA até a solução passar para a cor azul;
 - Anotou-se o volume de EDTA gasto (V_{Ca}).
 - Calculou-se o teor de Ca^{2+} presente na salmoura a partir da fórmula abaixo.

$$Ca^{2+}(g/L) = (V_{Ca} \times 10) \times f_{EDTA} \times 0,04008 \quad (5)$$

- Magnésio

- Adicionou-se 25 mL de água destilada à um erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionou-se uma alíquota de 10 mL primeiro balão de 250 mL à um balão volumétrico de 100 mL e aferiu-se;
- Retirou-se 10 mL do balão volumétrico de 100 mL;
- Adicionou-se a alíquota ao erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionou-se 10 mL de solução tampão pH 10;
- Colocou-se uma pitada do indicador negro de eriocromo;
- Titulou-se com EDTA até a solução passar para a cor azul nítida;
- Anotou-se o volume de EDTA gasto (V_{Mg}).
- Calculou-se o teor de Mg^{2+} presente na salmoura a partir da fórmula abaixo.

$$Mg^{2+}(g/L) = (V_{Mg} \times 10 - V_{Ca}) \times 10 \times f_{EDTA} \times 0,02432 \quad (6)$$

- Cloretos

- Adicionou-se 50 mL de água destilada à um erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionou-se uma alíquota de 10 mL da solução do balão de 250 mL;
- Adicionou-se 1 mL de cromato de potássio 5 %;
- Titulou-se com nitrato de prata 0,1 N até a coloração vermelho tijolo;
- Anotou-se o volume gasto de nitrato de prata (V_g).
- Calculou-se o teor de Cloretos presente na salmoura a partir da fórmula abaixo.

$$Cl (g/L) = V_g \times f \times 7,09 \quad (7)$$

Sabendo que,

V_g : Volume gasto de nitrato de prata 0,1 N

f : fator de correção do nitrato de prata 0,1 N

4.2.2. Determinação de pH

Para a análise do pH das salmouras, é utilizado um pHmetro de bancada.

- Transferiu-se 80 mL da salmoura para um Becker de 100 mL;
- Introduziu o eletrodo na amostra de salmoura;
- Verificou-se pH e temperatura após 5 minutos;
- Limpou-se o eletrodo com água destilada e deixou-o mergulhado na solução de repouso.

4.2.3. Determinação da densidade

A análise das salmouras é realizada com a finalidade de acompanhar a salinidade de cada salmoura, desde as águas de captação até as águas de descarte, incluindo as águas de lavagem do sal. É com essa análise que a salmoura passa da área de evaporação para a área de cristalização, e consequentemente para o descarte.

- Adicionou-se 500 mL da salmoura em uma proveta de 500 mL;
- Inseriu-se um densímetro (1-12 °Bé ou 12-31 °Bé);
- Anotou-se a densidade mensurada pelo densímetro.

4.3. Análises de Cálcio e Magnésio utilizando o FAAS

No laboratório de qualidade da Salinor, essa técnica tem ganhado espaço, possibilitando uma análise dos teores de Ca e Mg com uma precisão superior à da titulação com EDTA. Essa técnica é realizada para a determinação de íons no sal embarcado em navios no Porto Ilha, pois a Salinor possui clientes de indústria química que são bastante criteriosos com relação ao teor de Cálcio e Magnésio.

Para a utilização do FAAS no Laboratório de Qualidade da Salinor, foram realizados treinamentos para os funcionários do laboratório, dispondo conhecimentos sobre a técnica e alertando-os para as medidas cabíveis de segurança na operação do equipamento. O procedimento é realizado utilizando o Espectrofotômetro de Absorção Atômica (AA-7000), com auxílio do software WizAArd, ambos da empresa SHIMADZU[®].

Para a análise do sal embarcado, se faz necessário conhecer a quantidade de porções e o tipo de sal, pois estes determinam quantas amostras devem ser preparadas. Cada navio possui uma quantidade máxima a ser transportada, definida por porções, e o sal embarcado vai de acordo com as especificações de cada cliente. As especificações do navio são apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8 - Especificações do navio ZINA

Nome do navio	ZINA
Porções destinados ao Sal Químico Especial	2
Porções destinados ao Sal Comum (SC)	4
Total de porções	6
Toneladas – Sal Químico Especial	14.300
Toneladas – Sal Comum	19.840
Total de toneladas do navio	34.140

Fonte: Autoria Própria, 2018.

No estudo realizado, o sal embarcado era do tipo químico especial (IQE), com um teor máximo de 0,070% de Cálcio e 0,012% de Magnésio, e comum (SC), com umidade máxima de 3%.

A quantificação do teor de Ca e Mg é realizado em duas etapas: a primeira etapa é a preparação das amostras e a segunda etapa é a análise das amostras utilizando o Espectrofotômetro de Absorção Atômica (AA-7000).

- Preparação das amostras (Materiais e Metodologia)
 - Materiais
 - 16 Beckers de 250 mL
 - 16 Balões volumétricos de 250 mL
 - 32 Balões volumétricos de 100 mL
 - 32 Pipetas volumétricas de 10 mL
 - Água ultra pura (milliq)
 - Sal para análise
 - Agitador magnético
 - Espectrofotômetro de Absorção Atômica
 - Metodologia
 - Pesou-se 25 g do sal em um Becker de 250 mL;
 - Diluiu-se o sal em 200 mL de água milliq sob agitação magnética;
 - Transferiu-se a solução para um balão volumétrico de 250 mL e aferiu-se o menisco (Balão 1);
 - Pipetou-se, com uma pipeta volumétrica, uma alíquota de 10 mL da solução do balão 1;
 - Adicionou-se a alíquota à um balão volumétrico de 100 mL e aferiu-se o menisco (Balão 2);
 - Pipetou-se uma alíquota de 10 mL da solução do balão 2;
 - Adicionou-se a alíquota à um segundo balão de 100 mL e aferiu-se o menisco (Balão 3).

Figura 14 - Amostras de 25 g para determinação de Ca e Mg



Fonte: Autoria Própria, 2018.

- Análise das amostras utilizando a técnica de espectrofotometria
 - Ligou-se o aparelho e realizou-se os procedimentos iniciais no software WizAArd;
 - Selecionou-se os elementos de interesse na análise, Cálcio e Magnésio;
 - Preparou-se a curva de calibração do Cálcio e Magnésio (Tabela 9 e Tabela 10);

Tabela 9 - Preparação da curva de calibração: Cálcio

Concentração de Ca^{2+} (ppm)	Volume (mL)	Volume (μL)
0	0	0
1	0,1	100
2,5	0,25	250
5	0,5	500
10	1	1000
15	1,5	1500

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Tabela 10 - Preparação da curva de calibração: Magnésio

Concentração de Mg^{2+} (ppm)	Volume (mL)	Volume (μL)
0	0	0
0,025	0,0025	2,5
0,05	0,005	5
0,1	0,01	10
0,25	0,025	25
0,5	0,05	50

Fonte: Autoria Própria, 2018.

- Abriu-se as válvulas dos gases Acetileno, Ar comprimido e Óxido Nitroso;

De acordo com a Figura 15, os elementos Cálcio e Magnésio são determinados utilizando chama de Ar e Acetileno. E a partir da Tabela 5, sabe-se que o equipamento opera à uma temperatura de 2100-2400°C.

Figura 15 - Elementos determinados por AAS e AES

1																	18
H																	He
2																	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	A															
Lanthanoids			La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
Actinoids			Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

	Elements determined by FAAS using an air-acetylene flame
	Elements determined by FAAS using a dinitrogen oxide-acetylene flame
	Elements determined by plasma-AES using an inert gas atmosphere or a vacuum in the optics of the instrument
	Elements which cannot be determined by direct atomic absorption or plasma atomic emission methods

Fonte: Adaptado de Lajunen, 1991.

- Estabeleceu-se a conexão do aparelho e o software;
- Checou-se o equipamento a fim de identificar quaisquer interferências ou ruídos;
- Acendeu-se a chama;
- Iniciou-se a análise para o Cálcio;
- Plotou-se a curva de calibração:

O primeiro passo foi a plotagem da curva de calibração do Ca. A partir das amostras previamente feitas, foi inserido cada balão volumétrico de 100 mL correspondente à concentração da curva. Obteve-se um $R^2 = 0,9997$, uma vez verificado a precisão da curva, deu-se início a segunda etapa da análise.

- Quantificou-se o cálcio de cada amostra:

As amostras utilizadas para a quantificação do cálcio foram as do Balão 2, pois passaram por uma diluição, diminuindo a concentração das mesmas, e então estando nos limites da curva de calibração e absorbância.

- Apagou-se a chama;
- Aqueceu-se a lâmpada do elemento magnésio e acendeu-se a chama;
- Iniciou-se a análise para o Magnésio;
- Plotou-se a curva de calibração do Magnésio, processo análogo ao de Cálcio, com um $R^2 = 0,9982$;
- Quantificou-se o magnésio de cada amostra:

As amostras utilizadas para a quantificação do magnésio foram as do Balão 3, pois passaram por duas diluições, diminuindo ainda mais a concentração das mesmas, e então estando nos limites da curva de calibração e absorbância.

- Apagou-se a chama.

A Tabela 11 apresenta a quantificação do Ca e Mg no sal embarcado no navio ZINA.

Tabela 11 - Teor de Ca e Mg no navio ZINA

Número da amostra	Nome da amostra	%Cálcio	%Magnésio
1	COMP A IQ	0.057	0.009
2	COMP B IQ	0.055	0.009
3	COMP C IQ	0.054	0.009
4	P2 A	0.062	0.011
5	P2 B	0.059	0.010
6	P2 C	0.064	0.011
7	P4 A	0.049	0.006
8	P4 B	0.047	0.006
9	P4 C	0.046	0.006
10	COMP A SC	0.062	0.055
11	COMP B SC	0.062	0.051

12	COMP C SC	0.060	0.049
13	5.000	0.067	0.037
14	10.000	0.055	0.029
15	15.000	0.078	0.078
16	19.840	0.076	0.069

Fonte: Autoria Própria, 2018.

4.3.1. Otimização das análises de Cálcio e Magnésio utilizando o FAAS

Tendo em vista a quantidade de tempo, vidrarias e esforço gastos, sentiu-se a necessidade de otimizar o processo, de forma a reduzir essas variáveis.

Primeiro calculou-se a concentração do sal no Balão 1, pela equação abaixo.

$$C = \frac{m}{v} \quad (8)$$

Sendo que:

C : Concentração (g/mL)

m : Massa da amostra (g)

v : Volume total (mL)

Substituindo os valores de interesse, obteve-se uma concentração inicial de 0,1 g/mL.

$$C = \frac{25}{250} = 0,1 \text{ g/mL}$$

Foram feitas duas diluições partindo do primeiro balão, pois este possui uma concentração elevada, necessitando de uma diluição para a quantificação do cálcio e duas para a quantificação do magnésio.

A partir de conhecimentos de diluições de soluções, é possível encontrar as concentrações dos outros dois balões, utilizando a Equação (9).

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad (9)$$

Conhecendo a concentração do Balão 1 (C_1), volume da alíquota para diluição (V_1), volume total da diluição (V_2) e a Equação (9), encontrou-se a concentração do balão 2 de 0,01 g/mL, de forma similar, encontrou-se a concentração do balão 3 de 0,001 g/mL.

$$0,1 \text{ (g/mL)} * 10 \text{ (mL)} = C_2 * 100 \text{ (mL)}$$

$$C_2 = 0,01 \text{ (g/mL)}$$

$$0,01 \text{ (g/mL)} * 10 \text{ (mL)} = C_3 * 100 \text{ (mL)}$$

$$C_3 = 0,001 \text{ (g/mL)}$$

Com base nos valores das concentrações, foi proposto que o balão 1 (250 mL) passasse a ter a concentração do balão 2 (100 mL), e que o balão 2 assumisse a concentração do balão 3 (100 mL), não fazendo necessário a utilização de um terceiro balão no procedimento em estudo.

A partir da Equação (8), foi possível encontrar a nova massa para análise, tendo em vista que a concentração do balão já era conhecida. Substituindo os valores, foi encontrado uma massa de 2,5 g.

$$0,01 \text{ g/mL} = \frac{m}{250} = 2,5 \text{ g}$$

A partir da nova concentração, assumida agora para o balão 1, encontrou-se a concentração do balão 2 de 0,001 g/mL, pela Equação (9).

$$0,01 \text{ (g/mL)} * 10 \text{ (mL)} = C_2 * 100 \text{ (mL)}$$

$$C_2 = 0,001 \text{ (g/mL)}$$

A Tabela 12 faz o comparativo entre massa e concentração do procedimento usual e o procedimento em estudo.

Tabela 12 - Comparativo: Concentração versus massa

	Concentração (m = 25 g)	Concentração (m = 2,5 g)
Balão 1	0,1 g/mL	00,1 g/mL
Balão 2	00,1 g/mL	000,1 g/mL
Balão 3	000,1 g/mL	-

Fonte: Autoria Própria, 2018.

No procedimento usual, se fazia necessário duas diluições, pois o balão 1 estava muito concentrado, impossibilitando a quantificação do cálcio e muito menos do magnésio. Logo, a primeira diluição foi realizada possibilitando a quantificação do Ca presente na amostra de sal. Devido a extrapolação em relação à curva de calibração do Mg, se fez necessário mais uma diluição, totalizando 3 balões para a análise de 1 amostra.

No procedimento em estudo, foi proposto uma redução da massa inicial com a finalidade de atingir a concentração desejada no Balão 1 (0,01 g/mL), quantificando o Ca, e utilizando apenas 1 diluição, quantificando o Mg. Totalizando 2 balões para a análise de 1 amostra.

4.3.2. Resultados do procedimento proposto – otimização para análises

Foram realizados testes iniciais a fim de corroborar o procedimento proposto para a otimização da quantificação de Ca e Mg utilizando FAAS.

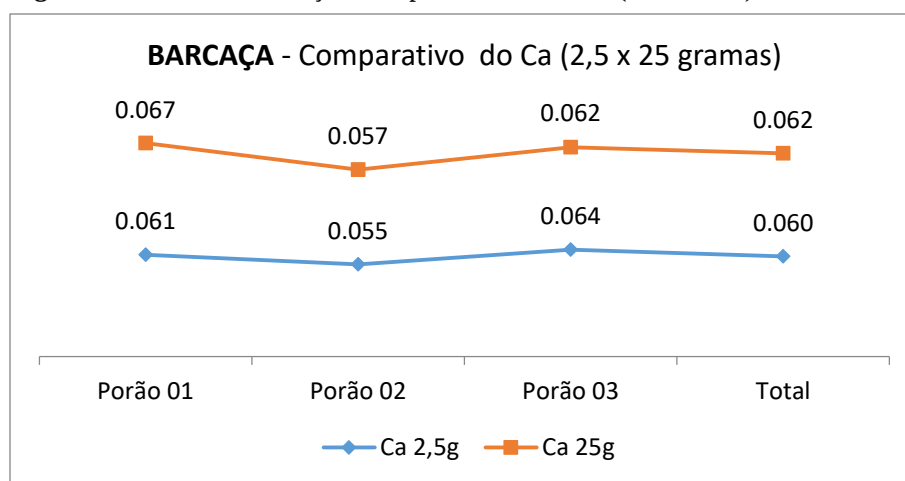
O primeiro teste foi feito com 3 pontos de uma barçaça (embarcações que transportam o sal da salina para o Porto Ilha). A comparação do teor de Ca e Mg, com massas diferentes, para cada ponto está representado na Tabela 13.

Tabela 13 - Pontos de barçaça - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)

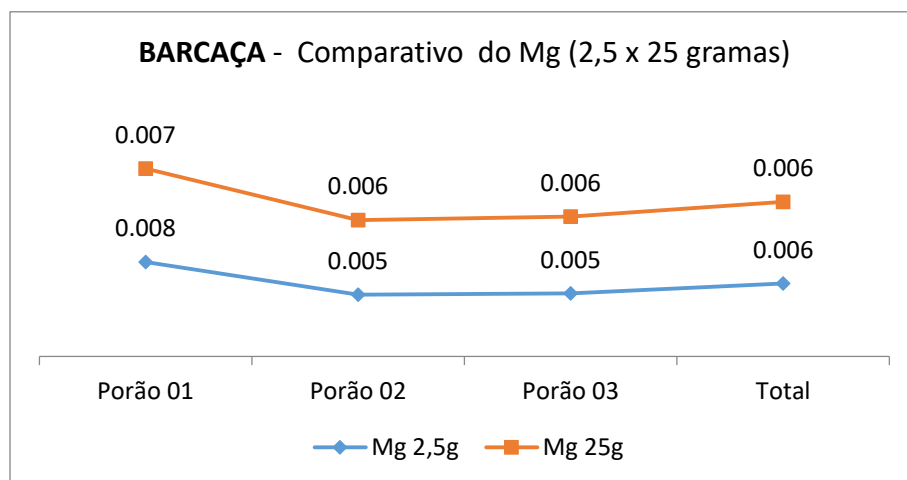
	25 g		2,5 g	
	%Cálcio	%Magnésio	%Cálcio	%Magnésio
Porão 1	0,067	0,007	0,061	0,008
Porão 2	0,057	0,006	0,055	0,005
Porão 3	0,062	0,006	0,064	0,005
Média	0,062	0,006	0,060	0,006

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 16 - Pontos de barçaça - Comparativo de massas (Teor de Ca)



Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 17 - Pontos de barçaça - Comparativo de massas (Teor de Mg)

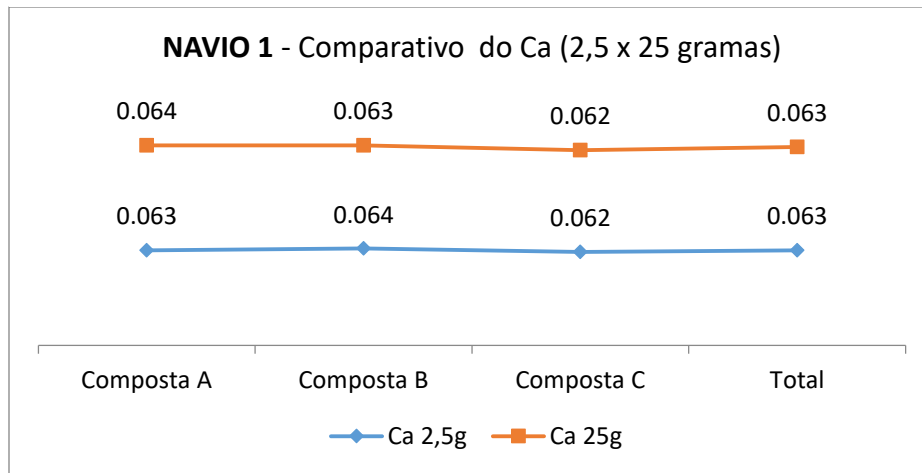
Fonte: Autoria Própria, 2018.

Em seguida, outro teste foi feito com 3 pontos do Navio 1. A comparação do teor de Ca e Mg, com massas diferentes, para cada ponto está representado na Tabela 14.

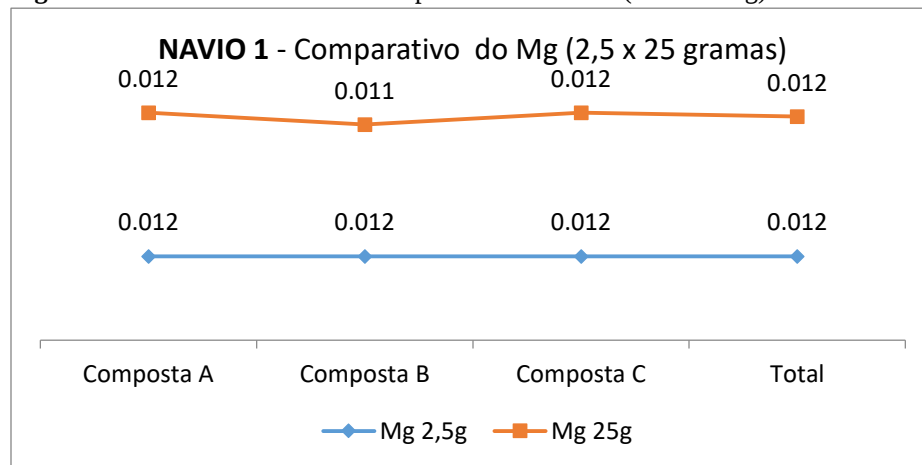
Tabela 14 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)

	25 g		2,5 g	
	%Cálcio	%Magnésio	%Cálcio	%Magnésio
Porção 1	0,064	0,012	0,063	0,012
Porção 2	0,063	0,011	0,064	0,012
Porção 3	0,062	0,012	0,062	0,012
Média	0,063	0,012	0,063	0,012

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 19 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Ca)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 18 - Pontos do Navio 1 - Comparativo de massas (Teor de Mg)

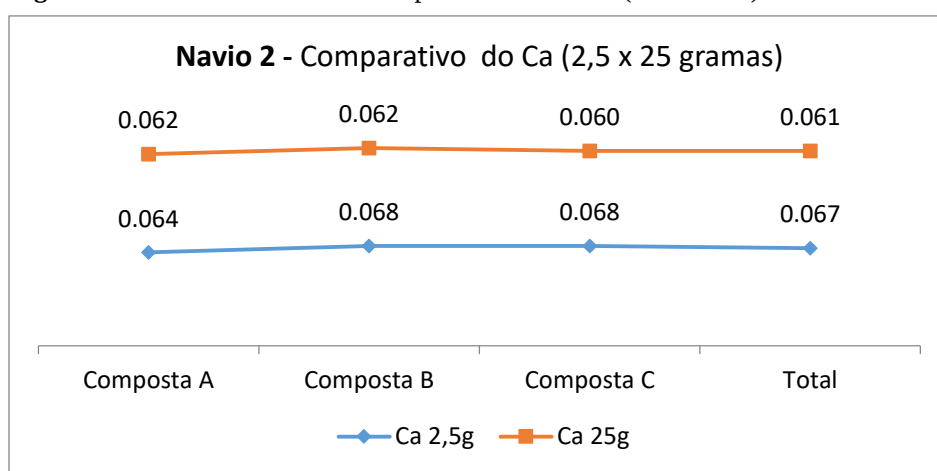
Fonte: Autoria Própria, 2018.

Outro teste foi feito com 3 pontos do Navio 2. A comparação do teor de Ca e Mg, com massas diferentes, para cada ponto está representado na Tabela 15.

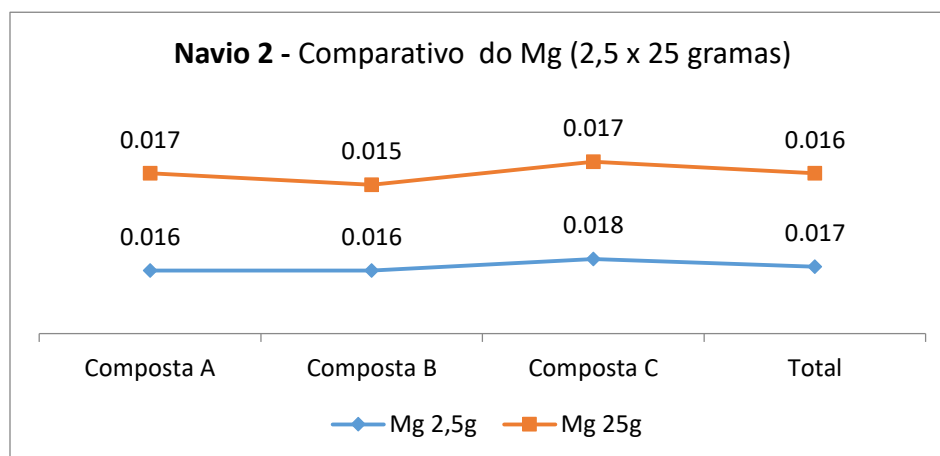
Tabela 15 - Pontos do Navio 2 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)

	25 g		2,5 g	
	%Cálcio	%Magnésio	%Cálcio	%Magnésio
Porção 1	0,062	0,017	0,064	0,016
Porção 2	0,062	0,015	0,068	0,016
Porção 3	0,060	0,017	0,068	0,018
Média	0,061	0,016	0,067	0,017

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 20 - Pontos do Navio 2 - Comparativo de massas (Teor de Ca)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 21 - Pontos do Navio 2 - Comparativo de massas (Teor de Mg)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

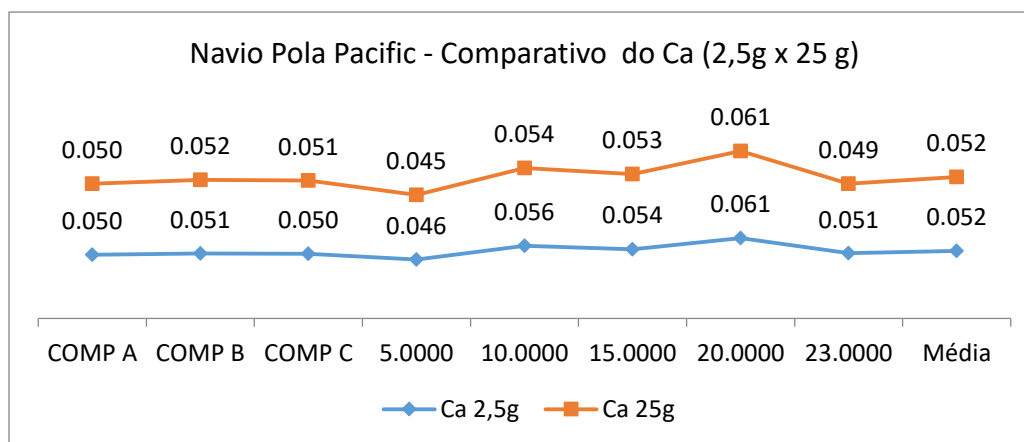
O 4º teste foi realizado com pontos do Navio 3. A comparação do teor de Ca e Mg, com massas diferentes, para cada ponto está representado na Tabela 16.

Tabela 16 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Ca e Mg)

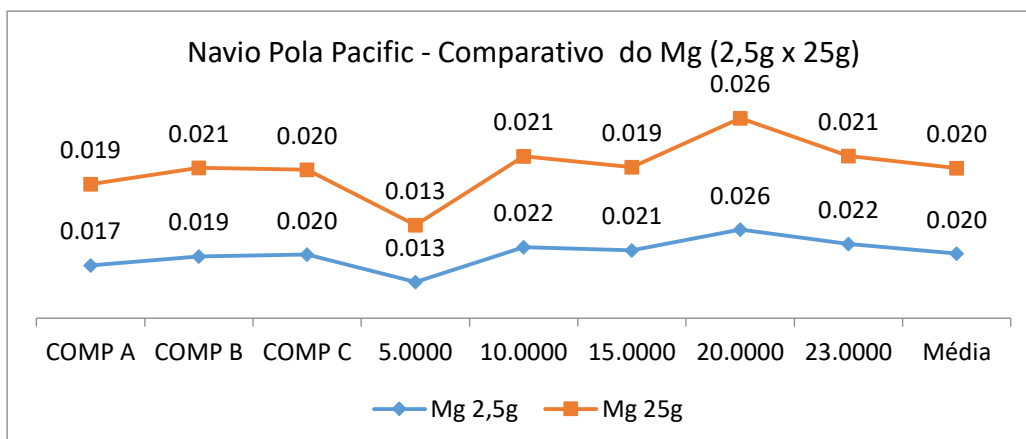
	25 g		2,5 g	
	%Cálcio	%Magnésio	%Cálcio	%Magnésio
COMP A	0,050	0,017	0,050	0,019
COMP B	0,051	0,019	0,052	0,021
COMP C	0,050	0,020	0,051	0,020
5000	0,046	0,013	0,045	0,013
10000	0,056	0,022	0,054	0,021
15000	0,054	0,021	0,053	0,019
20000	0,061	0,026	0,061	0,026
23000	0,051	0,022	0,049	0,021
Média	0,052	0,020	0,052	0,020

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 22 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Ca)



Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 23 - Pontos do Navio 3 - Comparativo de massas (Teor de Mg)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

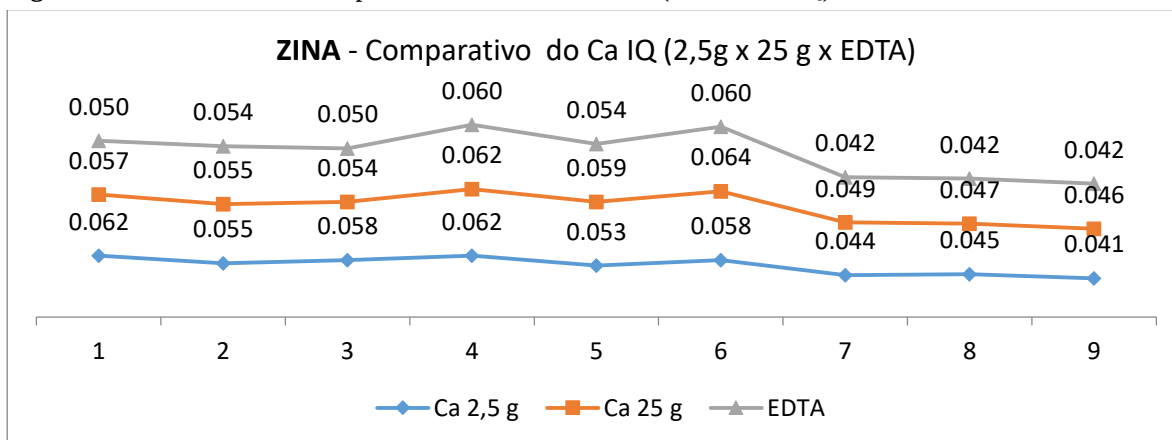
Para verificar a exatidão do procedimento em estudo, foi proposto que além do comparativo entre massas, utilizando a técnica FAAS, realizasse as análises também por titulação, validando a otimização. As análises foram realizadas com o navio ZINA (Tabela 8). O resultado destas análises está representado na Tabela 17.

Tabela 17 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca e Mg)

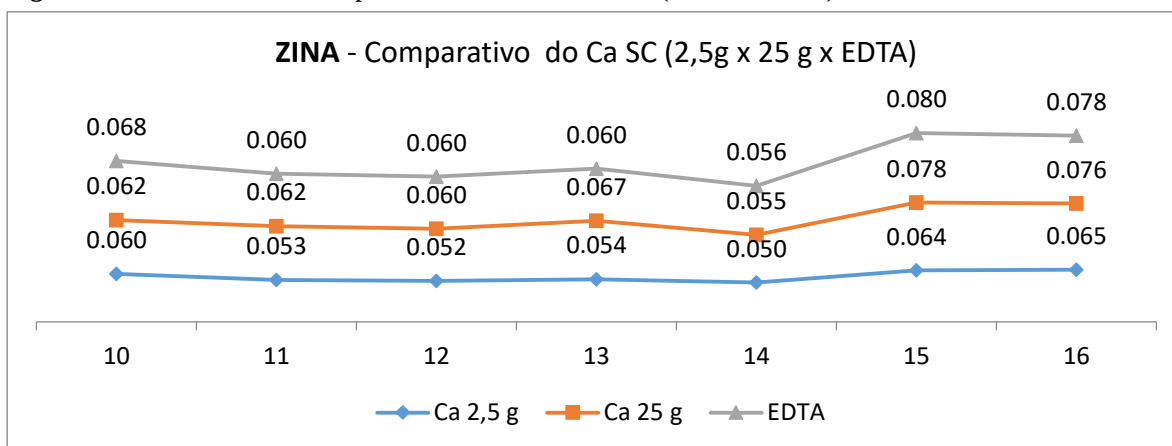
Nome da amostra		2,5 g		25 g		Titulação (EDTA)	
		%Ca	%Mg	%Ca	%Mg	%Ca	%Mg
1	COMP A IQ	0.062	0.010	0.057	0.009	0.050	0.011
2	COMP B IQ	0.055	0.009	0.055	0.009	0.054	0.010
3	COMP C IQ	0.058	0.011	0.054	0.009	0.050	0.010
4	P2 A	0.062	0.013	0.062	0.011	0.060	0.010
5	P2 B	0.053	0.010	0.059	0.010	0.054	0.011
6	P2 C	0.058	0.012	0.064	0.011	0.060	0.013
7	P4 A	0.044	0.006	0.049	0.006	0.042	0.010
8	P4 B	0.045	0.006	0.047	0.006	0.042	0.006
9	P4 C	0.041	0.007	0.046	0.006	0.042	0.007
	MÉDIA IQ	0,053	0,009	0,055	0,009	0,050	0,010
10	COMP A SC	0.060	0.054	0.062	0.055	0.068	0.054
11	COMP B SC	0.053	0.054	0.062	0.051	0.060	0.049
12	COMP C SC	0.052	0.051	0.060	0.049	0.060	0.047
13	5.000	0.054	0.036	0.067	0.037	0.060	0.035
14	10.000	0.050	0.031	0.055	0.029	0.056	0.029
15	15.000	0.064	0.071	0.078	0.078	0.080	0.079
16	19.840	0.065	0.068	0.076	0.069	0.078	0.068
	MÉDIA SC	0,057	0,052	0,066	0,053	0,066	0,052

Fonte: Autoria Própria, 2018.

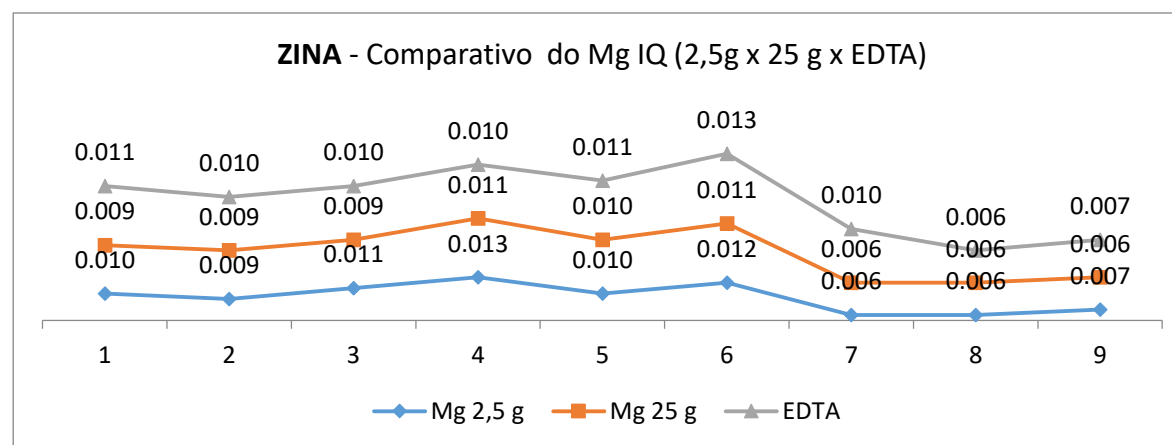
Os gráficos abaixo estão divididos em Teor de Ca e Mg. Cada gráfico de teor se subdivide em mais dois: os porões com sal químico (IQ) e os porões com sal comum (SC).

Figura 25 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca IQ)

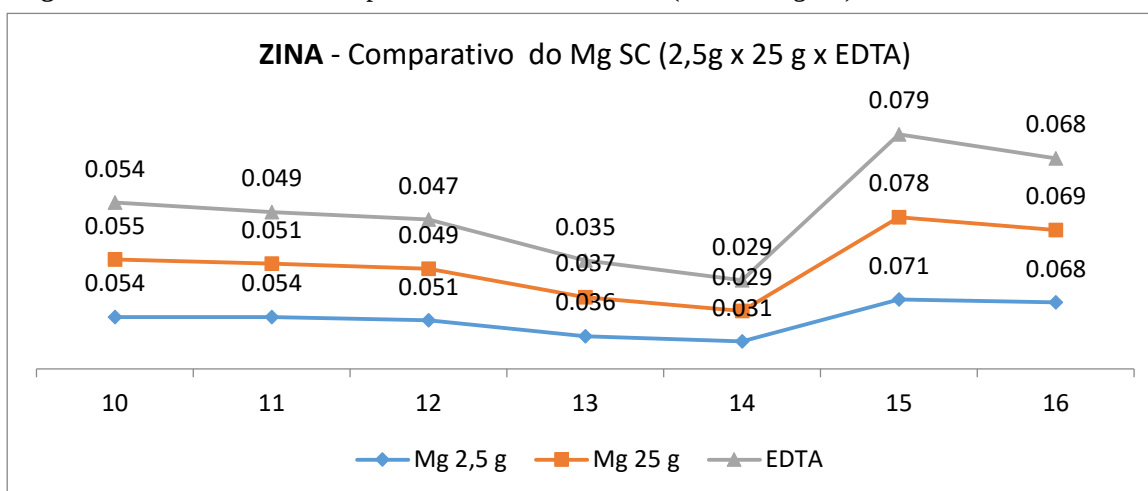
Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 24 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Ca SC)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 26 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Mg IQ)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Figura 27 - Pontos ZINA - Comparativo de massas e EDTA (Teor de Mg SC)

Fonte: Autoria Própria, 2018.

O procedimento usual ($m = 25 \text{ g}$) demanda mais tempo, vidraria, e espaço para ser realizado do que o procedimento em estudo ($m = 2,5 \text{ g}$). Realizando a análise com $2,5 \text{ g}$, há uma redução de 33,33 % no total de vidrarias utilizadas no procedimento usual. Na Tabela 18 apresenta a quantidade de vidrarias utilizadas para cada procedimento.

Tabela 18 - Comparativo de vidrarias (2,5 g x 25 g)

Vidraria	2,5 g	25 g
Becker	16	16
Balão volumétrico 250 mL	16	16
Balão volumétrico 100 mL	16	32
Pipeta volumétrica de 10 mL	16	32
Total	64	96

Fonte: Autoria Própria, 2018.

Além das vidrarias, um fator que deve ser levado em consideração é o tempo. Por ser uma técnica de alta sensibilidade, a FAAS requer um processo criterioso na preparação das amostras a serem analisadas, demandando tempo e evitando que outras análises pudessem ser realizadas. Entretanto, nas análises aqui apresentadas

não cronometrou-se o tempo de preparo das amostras, devido à realização concomitante de outras atividades no laboratório.

A partir da comparação entre a técnica de FAAS, com massas diferentes, e titulometria (EDTA), valida-se o procedimento em estudo para quantificação de Cálcio e Magnésio, com a massa de amostra a ser analisada de 2,5 g.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A evaporação solar é dividida em áreas de evaporação e cristalização, lavagem e colheita do sal, requerendo um entendimento específico quanto a formação e precipitação dos sais presentes na salmoura. O estudo realizado pode ser associado às disciplinas de Operações Unitárias, pois pode-se aplicar conceitos como sedimentação, taxa de evaporação, cristalização, tempo de residência e pressão de vapor nas áreas de evaporação e cristalização. Associa-se também a disciplina de Instrumentação e Controle principalmente na área de captação da água (matéria-prima), pois as bombas são controladas por sensores de nível, e pré-definidas com tempo de ligar e desligar.

A Salinor visa garantir a qualidade do sal, para isso são realizadas análises desde a matéria-prima até o produto final, englobando águas de captação, salmouras nos evaporadores, nos cristalizadores, de descarte e de lavagem, sal colhido e sal embarcado. Para as análises do sal embarcado é imprescindível que os teores de cálcio e magnésio sejam os mais baixos possíveis, por isso o laboratório faz o controle dessas análises com titulação (EDTA). O estudo realizado pode ser associado à disciplina de Química Analítica, por conta das análises físico-químicas do sal, como por exemplo, as titulações de óxido-redução. A Química Analítica também proporcionou conhecimentos gerais sobre a técnica de espectrofotometria, que auxiliou no aprendizado sobre um tipo de espectro específico no Laboratório de Qualidade da Salinor.

O estágio proporcionou crescimento profissional, pessoal, e o conhecimento de termos técnicos sobre a área salina que até então eram desconhecidos. Além do conhecimento técnico sobre a área, possibilitando também crescimento pessoal, por estar imersa em uma indústria e convivendo com pessoas da empresa diariamente. Também, esclareceu as etapas do processo produtivo, o que reflete diretamente na qualidade do sal que se obtém no final do processo. A empresa se preocupa em analisar desde a matéria-prima até o produto final, garantindo um sal de qualidade.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBUQUERQUE JÚNIOR, E. B. **Relatório de estágio supervisionado obrigatório desenvolvido na empresa salinor - salinas do nordeste s/a**. Universidade Federal Rural do Semi-Árido. Mossoró, p. 38. 2018.

ALQUIMIA. **Cadeia Produtiva Cloro Soda**. 2017. Disponível em: <<http://www.alquimiaprodutosquimicos.com.br/wp/2017/09/19/cadeia-produtiva-cloro-e-soda/>>. Acesso em: 15 set. 2018.

ALVES, E. O. Medição Contínua de Densidade e Concentração em Processos Industriais. **Mecatrônica Atual**, n. 44, p. 44-49, Janeiro 2010. Disponível em: <<http://www.smar.com/brasil/artigo-tecnico/medicao-continua-de-densidade-e-concentracao-em-processos-industriais>>. Acesso em: 25 Agosto 2018.

ANDRADE, D. C. D. **Determinação das propriedades físico-químicas na obtenção e processamento de sal tipo: peneirado, grosso, triturado, moído e extrafino**. Universidade Federal Do Rio Grande do Norte. Macau, p. 29. 2015.

ANVISA. **Aprova padrões de identidade e qualidade para o sal destinado ao consumo humano: Decreto nº 75697, de 06 de maio de 1975**. 1975. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/33916/394219/DECRETO_75697_1975.pdf/de103fe5-3a8f-44a1-85b9-cd001701d381>. Acesso em: 5 set. 2018.

BASEGGIO, G. The Composition of Sea Water and Its Concentrates. **Fourth Symposium on Salt**, Cleveland Ohio, 1974. 351-358.

BORGES, D. L. G. et al. Fundamentos da Espectrometria de Absorção Atômica de alta resolução com fonte contínua. **Analytica**, Agosto/Setembro 2005.

CÂMARA, C. A. L. **Produção de Sal por Evaporação Solar**. [S.l.]: [s.n.], 1999.

CARDOSO, C. D. E. S.; BERLANDA, C. V. Q.; STOLBERG, E. A. C. Linguíça tipo toscana sabor limão com teor de sódio reduzido. **Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira**, 2014.

COSTA, D. F. S. et al. Breve revisão sobre a evolução histórica da atividade salineira no Estado do Rio Grande Do Norte (Brasil). **Sociedade e Natureza**, Uberlândia, p. 21-34, Janeiro 2013.

CSUROS, M.; CSUROS, C. Environmental Sampling and Analysis for Metals. USA: Lewis Publishers, 2000. p. 372.

DE MEDEIROS, R. R. **Fatores determinantes na estratégia de cultivo de *Asteromonas gracilis* Artari (Chlorophyceae, Dunaliellales)**. Tese de doutorado. Rede Nordestina de Biotecnologia. Universidade Tiradentes. Aracajú, SE, p. 165. 2011.

FIGUEIRÊDO, F. V. **Relatório de Aula Prática e Teórica de Análise Instrumental - Espectrofotometria**. Universidade Federal do Pernambuco. Pernambuco. 2008.

HARRIS, D. C. Atomic Spectroscopy. In: HARRIS, D. C. **Quantitative Chemical Analysis**. 7ª edição. ed. California: [s.n.], 2007. p. 453-473.

HERU, S.; NUR, R.; GUNAWAN, W. S. Development of Traditional Salt Production Process for Improving Product Quantity and Quality in Jepara District, Central Java, Indonesia. **Procedia Environmental Sciences**, p. 175-178, 2015.

INÁCIO, M. R. C.; SANTOS, K.M.; FREIRE, R.M.L.; MEDEIROS, J.F.; ARAÚJO, A.M.U.; MOURA, M.F.V. Determinação dos parâmetros de qualidade no sal para o consumo. **Associação Norte-Nordeste de química**, Natal, Abril 2007.

INMETRO. Sal para Consumo Humano. **INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia**, 2004. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/consumidor/produtos/sal2.asp#objetivo>>. Acesso em: 12 Ago 2018.

JULIANO, V. F. **Introdução aos métodos espectroanalíticos**. Minas Gerais: Visual, 2013. 29 slides, color. Disponível em: <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAAGVwAI/espectroscopia-absorcao-atomica#>>. Acesso em: 01 set. 2018.

KRUG, Francisco José; NÓBREGA, Joaquim Araújo; OLIVEIRA, Pedro Vitoriano de. **Espectrometria de Absorção Atômica**: - Parte 1: Fundamentos e atomização com chama. 2014. Disponível em: <<http://www.ufjf.br/baccan/files/2011/05/AAS-geral-parte-1-revisada.pdf>>. Acesso em: 07 set. 2018.

LAJUNEN, L. H. J. **Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission**. Oulu: The Royal Society of Chemistry, 1991.

OLIVEIRA, F. L.; **Processo produtivo do Sal na Salinor - Salinas do Nordeste S/A**: depoimento [Jul 2018]. Mossoró, 2018. Entrevista concedida a Viviane de Oliveira Chaves.

PERKINELMER. **Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy**. USA: [s.n.], 1996. p. 310.

RIBEIRO, G.C. **Processo produtivo do Sal na Salinor - Salinas do Nordeste S/A**: depoimento [Set 2018]. Mossoró, 2018. Entrevista concedida a Viviane de Oliveira Chaves.

QUÍMICA, G. T. História e Produção do sal. **Períodico Tchê Química**, 2018. Disponível em: <<http://www.deboni.he.com.br/tq/sal/his.htm>>. Acesso em: 22 Agosto 2018.

SALINOR. Salt Production. **Salinor**, 2018. Disponível em: <http://www.salinor.com.br/htdocs/salt_production.html>. Acesso em: 22 Agosto 2018.

SALT INSTITUTE. Salt Institute. **Salt**, 2018. Disponível em: <<http://www.saltinstitute.org/salt-101/chemical-physical-properties/>>. Acesso em: 12 Ago 2018.

SCIENCESTRUCK. Wavelength of Visible Light Spectrum. **ScienceStruck**, 2018. Disponível em: <<https://sciencestruck.com/wavelength-of-visible-light-spectrum>>. Acesso em: 2018 set 01.

SCHIAVO, D. **Espectrometria de absorção atômica: Fundamentos, figuras de mérito, otimização do instrumento e aspectos práticos**. Embrapa: Visual, 2013. 51 slides, color. Disponível em: <http://www.cnpsa.embrapa.br/met/images/arquivos/18MET/palestras/31-10-2013/Abs_Atomic_Daniela.pdf>. Acesso em: 01 set. 2018.

TEIXEIRA, C.; ANDRÉ, V.; CHAVES, S.; DIOGO, H.; LOURENÇO, N.; MENESES, F. Água quase tudo...e Cloreto de Sódio: Purificação do Cloreto de Sódio. **Química e Ensino**, v. 106, n. 7, p. 18–29, 2007.

ZMOZINSKI, A. V. **Desenvolvimento de método para determinação de cálcio, magnésio e zinco em amostras de óleo lubrificante por espectrometria de absorção atômica com chama**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, p. 73. 2010.

ANEXO A - Planta Salinor Mossoró

