



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

João Vítor Barbalho Fernandes

**ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO CONTROLE DE QUALIDADE DA
SALINA SALINOR**

MOSSORÓ – RN
2022

João Vítor Barbalho Fernandes

**ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO CONTROLE DE QUALIDADE DA
SALINA SALINOR**

TCC apresentado para banca examinadora, a fim de cumprimento da carga horária obrigatória para a obtenção do grau de bacharel em engenharia química, pela Universidade Federal Rural do Semiárido – UFERSA, Campus Mossoró.

Orientador: Prof^o.Dr. Alessandro Alisson de Lemos Araújo

MOSSORÓ – RN
2022

© 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 tornar-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.

FF474 Fernandes, João Vítor Barbalho.
a ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO CONTROLE DE
 QUALIDADE DA SALINA SALINOR / João Vítor Barbalho
 Fernandes. - 2022.
 44 f. : il.

 Orientador: Alessandro Alisson de Lemos Araújo.
 Monografia (graduação) - Universidade Federal
Rural do Semi-árido, Curso de Engenharia
Química, 2022.

 1. Salinor. 2. Sal. 3. Análises físico-químicas.
4. Qualidade. I. Araújo, Alessandro Alisson de
Lemos, orient. II. Título.

Ficha catalográfica elaborada por sistema gerador automático em conformidade
com AACR2 e os dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Biblioteca Campus Mossoró / Setor de Informação e Referência
Bibliotecária: Keina Cristina Santos Sousa e Silva
CRB: 15/120

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.

João Vítor Barbalho Fernandes

**ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO CONTROLE DE QUALIDADE DA
SALINA SALINOR**

TCC apresentado para banca examinadora, a fim de cumprimento da carga horária obrigatória para a obtenção do grau de bacharel em engenharia química, pela Universidade Federal Rural do Semiárido – UFERSA, Campus Mossoró.

TCC aprovado em: ____/____/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Alessandro Alisson de Araújo Lemos (UFERSA)
Presidente

Prof. Dr. Álvaro Daniel Teles Pinheiro (UFERSA)
Membro Examinador

Prof. Dr. Francisco Wilton Miranda da Silva (UFERSA)
Membro Examinador

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, quero agradecer a Deus, acredito que tudo se deve por intermédio da vontade dEle e assim, devemos aprender a respeitar seu tempo, mesmo que ele não seja compatível com nossa vontade.

Quero agradecer a instituição, UFERSA, pelo curso de alta qualidade e todo corpo docente o qual passei em especial meu orientador, pela disposição e auxílio na elaboração deste trabalho de conclusão do curso.

Por falar em corpo docente, quero agradecer a todos os professores que já passaram em minha vida, desde minha alfabetização até o fim desta graduação, pois todos contribuíram com minha formação e cada etapa cumprida tem um pouco de cada, então aqui meu muito obrigado a essa profissão tão bela.

Quero agradecer a todos os meus amigos, que sempre me apoiaram, me aconselharam e que sempre confiaram em mim, meu muito obrigado a essas pessoas maravilhosas. Alguns já não têm a mesma vivência de antes, mas ainda assim sempre consigo sentir a torcida de todos por mim, o que me ajudou muito ao longo do curso.

Meu muito obrigado para a minha atual companheira que entrou em minha vida não faz tanto tempo, mas que ela é fundamental nesta reta final do curso, me apoiando, me aconselhando, me ajudando inclusive na elaboração deste trabalho. A conclusão deste curso passou a ser uma vitória nossa, e é muito bom sentir a torcida e alegria dela por mim. E que assim seja daqui em diante, compartilhando vitórias, alegrias e planos.

Meu muito obrigado também a toda minha família, tios, tias, primos, primas e minha amada avó, a torcida de vocês foi, com certeza, motivadora pra o término deste curso. Alguns têm uma participação mais direta nessa formação, então meu muito obrigado a todos os parentes, mas para esses saibam que sem vocês, muito provavelmente seria impossível chegar até aqui. Amo todos.

Por fim, o agradecimento mais importante, meu muito obrigado ao meu lar, aos meus pais, e aos meus irmãos. Durante toda minha vida cuidaram de mim, me escutaram, me aconselharam, me ensinaram. Sou muito grato por ter pessoas tão maravilhosas como meu lar, sempre, seja de maneira direta ou indireta estavam sempre me jogando pra frente, me lembrando do que eu sou capaz, me lembrando de que eu estava numa batalha não só por mim, mas por vocês, que tanto me inspiram e me motivam, pois quero ser sempre o melhor de mim, pra o melhor que existe pra mim. Amo muito todos vocês.

RESUMO

Atualmente, o sal é o maior recurso natural consumido no mundo. O Brasil produz sal no Rio de Janeiro, Ceará, Maranhão, Sergipe, Bahia e no Rio Grande do Norte. A Salinor é a maior produtora de sal do Brasil responsável por mais de 40% de todo sal marinho extraído no país. As salinas estão localizadas nos municípios de Macau e Mossoró no estado do Rio Grande do Norte, onde estão concentrados 95% da produção de sal marinho do Brasil. Este trabalho tem como objetivo relatar as atividades exercidas na empresa Salinor. O trabalho constituiu nas seguintes atividades (análises físico-químicas): granulometria, cálcio, magnésio, ferrocianeto e iodo. Além de outros, tudo para garantir a qualidade do sal.

Palavras-chave: sal; Salinor; físico-químicas; qualidade.

ABSTRACT

Currently, salt is the largest natural resource consumed in the world. Brazil produces salt in Rio de Janeiro, Ceará, Maranhão, Sergipe, Bahia and Rio Grande do Norte. Salinor is the largest salt producer in Brazil, responsible for more than 40% of all sea salt extracted in the country. The salt pans are located in the municipalities of Macau and Mossoró in the state of Rio Grande do Norte, where 95% of Brazil's sea salt production is concentrated. This work aims to report the activities carried out in the company Salinor. The work consisted of the following activities (physicochemical analysis): granulometry, calcium, magnesium, ferrocyanide and iodine. In addition to others, all to ensure the quality of the salt.

Keywords: salt; saline; physicochemicals; quality.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Sal.	12
Figura 2 - Mapa Mossoró.	13
Figura 3 - Mapa Macau.	13
Figura 4 - Captação da água do mar.	17
Figura 5 – Evaporador.	17
Figura 6 - Cristalizador.	18
Figura 7 - Colheita.	18
Figura 8 - Lavagem.	19
Figura 9 - Estocagem.	19
Figura 10 - Beneficiamento.	19
Figura 11 - Caldeira.	20
Figura 12 - Bloco ilustrativo do processo de arraste do pó.	21
Figura 13 - Representação da peneira.	22
Figura 14 – Rotamêtro.	22
Figura 15 – Ilustração da vidraria e da técnica.	23
Figura 16 - Curva de titulação (ácido-base) e ponto de equivalência.	24
Figura 17 - Curva de titulação de complexação.	25
Figura 18 - Luz absorvida (retida na solução) e luz transmitida.	27
Figura 19 – Ilustração de um diagrama sequencial da espectrofotometria.	27
Figura 20 - Agitador de peneiras.	29
Figura 21 - Balança analisadora de umidade.	30
Figura 22 - Titulante EDTA.	31
Figura 23 - Hidróxido de Sódio.	32
Figura 24 - Indicador CALCON.	33
Figura 25 - Solução com indicador CALCON.	33
Figura 26 - Solução com indicador CALCON titulada com EDTA.	34
Figura 27 - Solução Tampão.	35
Figura 28 - Indicador Negro de Eriocromo T.	35
Figura 29 - Solução com indicador Negro Eriocromo T.	36
Figura 30 - Solução com indicador Negro de Eriocromo T titulada com EDTA.	36
Figura 31 - Capela.	37
Figura 32 - Solução indicadora de Ferrocianeto de Sódio.	38

Figura 33 - Solução com o indicador de Ferrocianeto de Sódio	38
Figura 34 – Espectrofotômetro.	39
Figura 35 - Solução de Iodeto de Potássio.	40
Figura 36 – Solução amarela com adição de Iodeto de Potássio.....	40
Figura 37 - Solução de Amido.....	40
Figura 38 - Solução roxa com adição de Amido.	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipos de sais, peneiras utilizadas e valores de referência.	29
---	----

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
2. OBJETIVOS	14
2.1. Objetivo geral	14
2.2. Objetivos específicos	14
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1. Sal (NaCl)	15
3.2. Salinor	15
3.3. Processo produtivo	16
3.4. Refinaria	20
3.5. Titulometria	22
3.5.1. Titulação ácido-base	24
3.5.2. Titulação de complexação	24
3.5.3. Titulação por precipitação	25
3.5.4. Titulação por oxirredução	26
3.6. Espectrofotometria	26
3.6.1. Transmitância e absorbância	26
3.6.2. Espectrofotômetro	27
4. METODOLOGIA	28
4.1. Granulometria	28
4.2. Umidade	30
4.3. Cálcio e Magnésio	31
4.3.1. Cálcio	32
4.3.2. Magnésio	34
4.4. Ferrocianeto	37
4.5. Iodo	39
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	42

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43
ANEXO A - TABELA DE CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E QUÍMICAS DOS DIFERENTES TIPOS DE SAL PARA ALIMENTAÇÃO HUMANA.....	44
ANEXO B – TABELA DE ADITIVOS	45

1. INTRODUÇÃO

Ao longo da história da humanidade o sal desempenhou sempre um grande papel, e como todos precisam dele para viver, aqueles que o possuíam tinham uma valiosa mercadoria, por isso, ele já foi responsável pela riqueza de diversos povos. O sal já foi utilizado como moeda corrente, como parte do pagamento de empregados, além de ser usado na conservação de alimentos (LEONEZ, 2021).

Hoje, o sal tem importante papel na indústria química, como uma de suas principais matérias-primas, sendo sua utilização bastante variada. Exemplos da utilização do sal são: a produção de cloro, soda cáustica, barrilha, ácido clorídrico, vidro alumínio, plástico, têxteis, borracha, hidrogênio, celulose e outros demais produtos das indústrias químicas, metalúrgica, de alimentos e diversas outras (LEONEZ, 2021).

Figura 1 - Sal.



Fonte: <https://gia.org.br/portal/a-aplicabilidade-e-os-cuidados-com-o-uso-do-do-sal-na-piscicultura-de-agua-doce/>

A Salinor se destaca no cenário nacional, sendo a maior produtora de sal do Brasil, sendo responsável por mais de 40% de todo o sal marinho extraído no país. As suas salinas ficam localizadas nos municípios de Mossoró (Figura 2) e Macau (Figura 3), no estado do Rio Grande do Norte, o qual tem condições climáticas e geográficas excepcionais para produção de sal (LEONEZ, 2021).

Figura 2 - Mapa Mossoró.



Fonte: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:RN-mapa-Mossor%C3%B3.png>

Figura 3 - Mapa Macau.



Fonte: https://www.familysearch.org/pt/wiki/Macau,_Rio_Grande_do_Norte_-_Genealogia

No presente trabalho, será apresentado um pouco sobre o sal, de maneira geral e mostrando algumas de suas vastas aplicações. Falando um pouco sobre a empresa, a Salinor, apresentando seu processo produtivo.

Por fim, apresentar os principais parâmetros e métodos utilizados para garantir o controle de qualidade do sal.

Afinal, toda e qualquer empresa, deve manter os seus produtos dentro de padrões, parâmetros, para garantir a qualidade, assim, que o seu seja destaque dentro do mercado.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo principal foi o controle de qualidade do sal, aplicando métodos de análises com o intuito de garantir a qualidade do produto.

2.2. Objetivos específicos

Os objetivos específicos podem ser elucidados através das análises físico-químicas do sal, para atender parâmetros determinados por órgãos regulamentadores e especificações, exigências, pelos diversos clientes.

Garantindo sempre um sal da melhor qualidade.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Sal (NaCl)

O NaCl é um composto iônico (que se conecta por ligações iônicas). De maneira geral, essas substâncias têm pontos de fusão elevados e muitos são solúveis em solvente polares, como por exemplo, a água, o que lhes dão a característica de serem bons condutores elétricos em meios aquosos. Suas estruturas, geralmente, são ânions (por vezes cátions) empilhados em padrões cfc e ech e a partícula de carga oposta ocupa, os buracos do octaédrico ou tetraédricos na rede (SHRIVER; ATKINS, 1999).

O sal, cloreto de sódio (NaCl), é um produto de origem mineral e desde a antiguidade da história humana ele é utilizado. Empenhando papel cada vez mais importante na sociedade com suas inúmeras aplicações. Porém, talvez sua maior aplicação seja na indústria alimentícia (BEZERRA, 2020).

A demanda de cloreto de sódio só cresce, na indústria química, por exemplo, ele é utilizado para produção de soda cáustica, barrilha, na indústria de plásticos, além da produção de cloro (BEZERRA, 2020).

O cloreto de sódio pode ser adquirido de duas maneiras, o sal marinho e o sal em gema. O sal em gema é encontrado em minas subterrâneas, sendo o cloreto de sódio obtido pela exploração dessas minas, cuja sua localidade é onde antes era banhado pelo mar, que ao secar deixou depósitos de sal (BEZERRA, 2020).

O sal marinho, como o nome sugere, é adquirido através da captação da água do mar. O mar apresenta em sua composição muitos íons dissolvidos, tais como: Cloreto (Cl^-), Sulfato (SO_4^{2-}), Sódio (Na^+), Magnésio (Mg^{2+}), Cálcio (Ca^{2+}) e Potássio (K^+), estes correspondem a aproximadamente 99% de todo soluto presente, com destaque para os íons Cloreto (Cl^-) e Sódio (Na^+), que, além de serem os únicos elementos de interesse da salina, esses abrangem 86,56% de todas as substâncias dissolvidas na água do mar. O processo para sua obtenção é basicamente constituído na evaporação da água do mar (ALBUQUERQUE JUNIOR, 2018).

3.2. Salinor

A Salinor foi fundada, pela fusão de micro salinas da região, no ano de 1961, por Antônio Florêncio de Queiroz. Na época ela era chamada de SOSAL e fazia parte de um grupo de salinas denominado CIRNE (Companhia Industrial do Rio Grande do Norte). Ainda na década de 60, a SOSAL, tornou-se propriedade de um grupo norte americano,

a *Morton Norwich Products*, que fica localizada em Chicago. Apenas em 2003, a empresa recebe o nome de Salinor - Salinas do Nordeste S/A (ALBUQUERQUE JUNIOR, 2018).

A Salinor se destaca no cenário nacional, sendo a maior produtora de sal do Brasil, sendo dela cerca de 40% da produção de todo o sal marinho extraído no país. As suas salinas ficam localizadas nos municípios de Mossoró e Macau, no estado do Rio Grande do Norte, que concentra 95% da produção de sal marinho do Brasil (SALINOR, 2021).

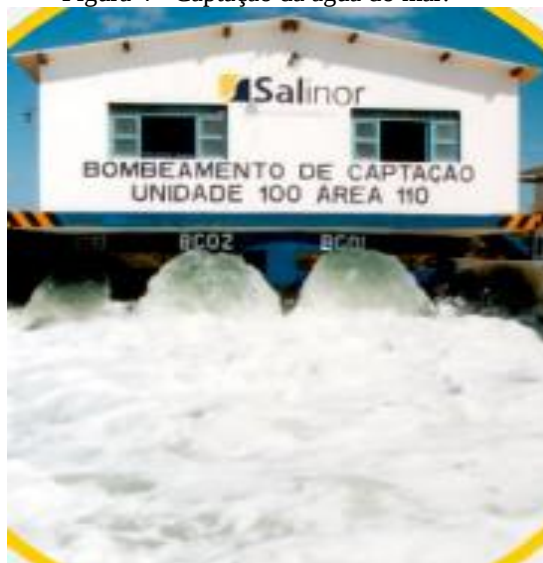
Suas salinas somam um total de 775 hectares de área de produção e colheita, que ocasionam uma produção de mais de 2,5 milhões de toneladas anuais (SALINOR, 2021).

3.3.Processo produtivo

Existem duas maneiras de obtenção do sal, uma é pelo minério do sal, e a outra é o sal marinho.

A Salinor, como já comentado anteriormente, produz sal marinho, e as etapas do seu processo produtivo são: captação, feitas pelas bombas de captação, evaporação, cristalização, colheita, lavagem, estocagem (nesse ponto o sal pode seguir, ou não para a próxima etapa) e beneficiamento (esta etapa é subdividida em moagem e refinaria) (LEONEZ, 2021).

Figura 4 - Captação da água do mar.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 5 – Evaporador.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 6 - Cristalizador.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 7 - Colheita.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 8 - Lavagem.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 9 - Estocagem.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

Figura 10 - Beneficiamento.



Fonte: <https://www.salinor.com.br/producao/>

3.4. Refinaria

Na refinaria a matéria prima chega e passará pelos moinhos, estes que, tanto conduzem o sal, como auxiliam na quebra, formando particulados menores.

Em seguida, com o auxílio de uma caldeira (Figura 11), o sal será aquecido (para diminuição da umidade) e arrastado para as demais etapas do processo.

Figura 11 - Caldeira.

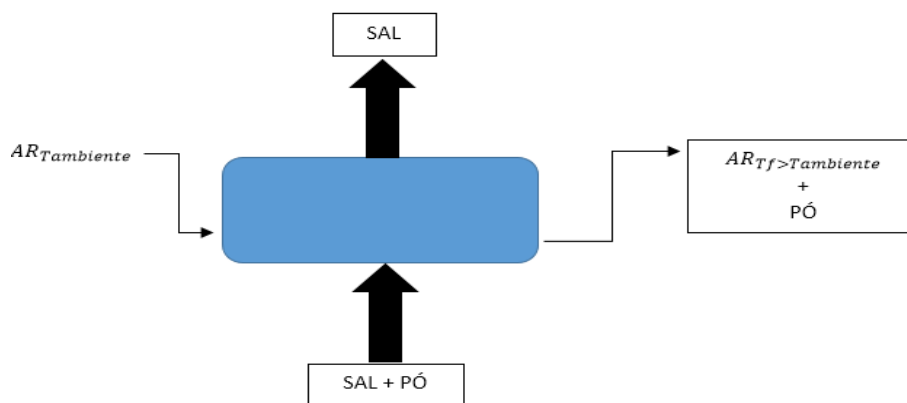


Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022)

Antes de seguir para as demais etapas existe uma pequena comporta que fica aberta para entrada de ar, o qual sua principal funcionalidade é arrastar o que é chamado de “pó”. Um sal de granulometria tão pequena, que não entra em nenhuma especificação de qualquer um dos produtos feitos pela empresa, este “pó”, é o sal micronizado.

A seguir (Figura 12) tem uma ilustração simples do processo de arraste desse “pó”.

Figura 12 - Bloco ilustrativo do processo de arraste do pó.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022)

Em seguida, o sal cairá nas peneiras (Figura 13), que tem a função de separar os diferentes tipos de sal produzidos, separando-os pelas suas granulometrias.

Nesta etapa, é definido o esquema de peneiras, que irá priorizar a produção de algum tipo de sal, e saber qual esquema está sendo utilizado dará um indicativo de qual vazão colocar no rotâmetro (Figura 14), no caso de sais com aditivos (iodo e ferrocianeto).

Figura 13 - Representação da peneira.



Fonte: <https://www.mhs.com.br/peneira-vibratoria-retangular>

Figura 14 – Rotamêtro



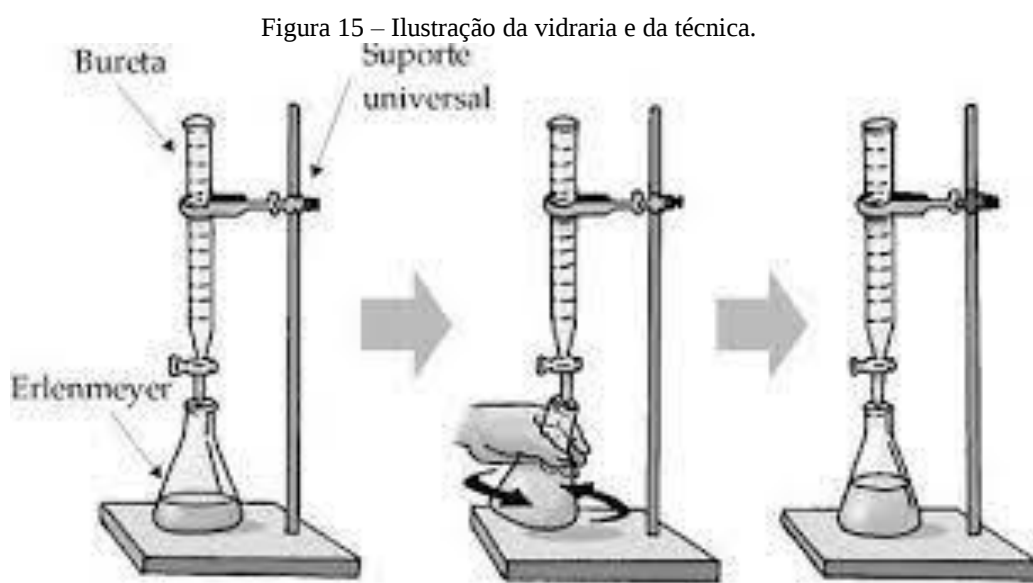
Fonte: AUTORIA PRÓPIA (2022)

3.5. Titulometria

A titulação, um processo experimental de análise volumétrica, é uma das técnicas mais usadas e exatas da análise quantitativa. Constantemente utilizada para determinar ácidos, bases, íons metálicos, oxidantes, redutores, entre outras espécies químicas (VASCONCELOS, 2019).

A titulometria consiste na quantidade medida de volume da solução padrão (solução de concentração conhecida com precisão), titulante, que reage por completo com o analito, titulado, o objeto de estudo a ser analisado, o qual se quer determinar a concentração de algo presente na solução (VASCONCELOS, 2019).

O equipamento para a aplicação da técnica (Figura 15) é basicamente: um suporte universal, uma bureta e um erlenmeyer, ou Becker com agitador mecânico.



Fonte:

<https://www.foa.unesp.br/Home/ensino/departamentos/cienciasbasicas/bioquimica/tecnica-para-utilizacao-de-buretas-e-titulacao.pdf>

O objetivo de toda a titulação é atingir o ponto estequiométrico, ou ponto de equivalência. Nesse ponto da titulação, as quantidades de solução padrão e analito são equivalentes, que é o ponto no qual a relação estequiométrica da reação volumétrica é alcançada (VASCONCELOS, 2019).

O ponto de equivalência não pode ser determinado experimentalmente, sendo apenas estimado por observação de modificações (que indicam alguma mudança física ou química), que ocorrem no sistema em estudo. Essa mudança, geralmente, é dada pela alteração da cor da solução, sendo conhecido como ponto de viragem (VASCONCELOS, 2019).

Para a identificação do ponto final de uma titulação existem vários modos, como, por exemplo: o uso de indicadores, que são substâncias que possuem características de mudar de cor conforme alguma propriedade da solução sofre variação, pela formação de precipitados coloridos, pela formação de complexos coloridos e métodos instrumentais,

nesse método envolvem medidas de propriedades do sistema investigado, como, por exemplo, propriedades elétricas e óticas (VASCONCELOS, 2019).

Dependendo da reação que ocorre entre titulante e o analito existem 4 classificações diferentes, que são: Titulação ácido-base ou de neutralização, titulação de precipitação, titulação de formação de complexo e titulação oxirredução (VASCONCELOS, 2019).

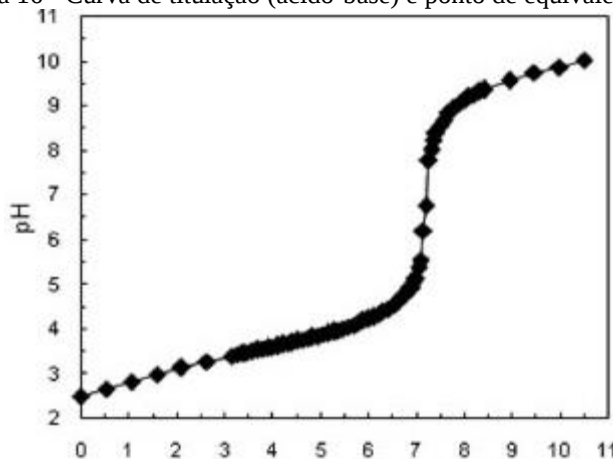
3.5.1. Titulação ácido-base

Caracterizado pela titulação de um ácido por uma solução padrão alcalina, ou o contrário, uma solução de caráter básico sendo titulada por uma solução padrão ácida. Aqui, de maneira geral, são empregados indicadores, que sofrem variações de acordo com o pH do meio reativo, sendo a cor o sinal mais presente nesse tipo de titulação (VASCONCELOS, 2019).

Onde o indicador possui uma cor em um pH ácido, ou básico, e outra cor, ou incolor, quando o pH sofre uma mudança, passando de ácido para básico, por exemplo.

A seguir (Figura 16) está ilustrada a variação de pH sofrida ao longo de uma análise volumétrica do tipo ácido-base.

Figura 16 - Curva de titulação (ácido-base) e ponto de equivalência.



Fonte: <https://www.scielo.br/j/qn/a/mHmcZCgMcK8qFmsMqC9mh4z/?lang=pt>

3.5.2. Titulação de complexação

Nessa análise, como o nome sugere, o titulante reage com o analito, formando complexos coloridos que indicam o final da titulação. Um titulante largamente utilizado nesse tipo de análise é o comumente chamado EDTA, que por possuir seis sítios de ligação, onde quatro são grupos carboxílicos e dois do grupo das aminas, tem extrema facilidade em formar complexos (VASCONCELOS, 2019).

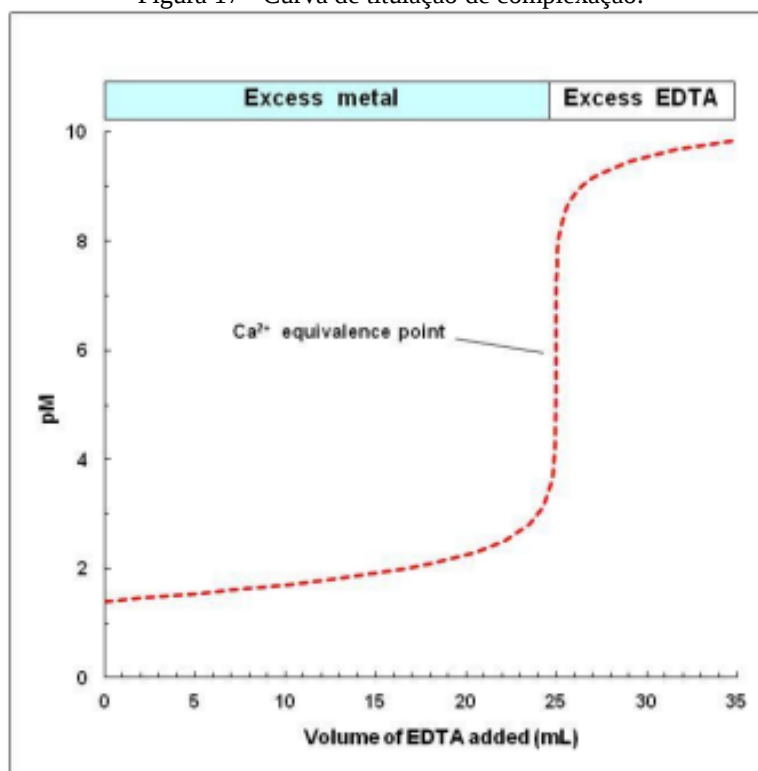
A seguir (Equação 1) tem-se uma representação da reação sofrida por esse composto na formação de complexos.



Onde o ânion EDTA está representado por Y^{4-} .

A seguir (Figura 17) tem-se a curva de titulação dessa mesma reação representada.

Figura 17 - Curva de titulação de complexação.

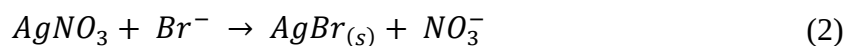


Fonte: https://www.ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/frankimica/Quimica%20Analitica%20Aplicada%20I/Volumetria_de_Complexacao_-_Frank.pdf

3.5.3. Titulação por precipitação

Na titulometria por precipitação, como o nome sugere, é formado um composto pouco solúvel, chamado de precipitado (VASCONCELOS, 2019).

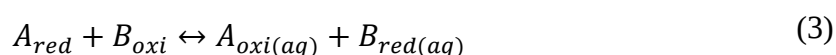
A seguir (Equação 2) tem-se um exemplo de reação desse tipo de análise, onde o íon brometo (Br^-) é titulado por uma solução padrão de nitrato de prata ($AgNO_3$), formando-se brometo de prata ($AgBr_{(s)}$), que é um precipitado de cor amarelada (VASCONCELOS, 2019).



Para este tipo de titulometria é aconselhável que a reação se processe em uma velocidade adequada, a qual dê melhor visibilidade para o ponto de equivalência (VASCONCELOS, 2019).

3.5.4. Titulação por oxirredução

A titulação por oxirredução é caracterizada pela titulação de um agente redutor por um agente oxidante, ou o contrário, um agente oxidante sendo titulado por um agente redutor. A reação entre analito e titulante é realizada através da transferência de elétrons entre as duas espécies químicas, e tem o seguinte esquema genérico (Equação 3) (VASCONCELOS, 2019).



3.6. Espectrofotometria

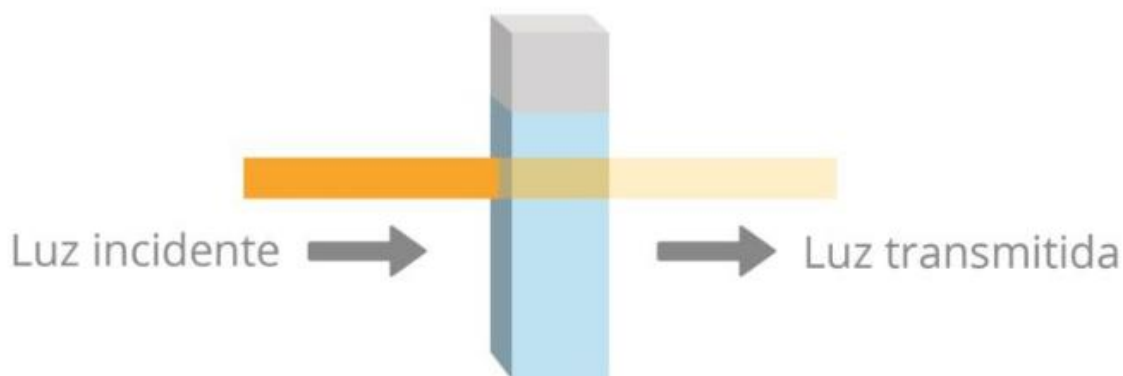
A espectrofotometria ultravioleta e visível é um método de análise quantitativa instrumental, que é largamente utilizado em estudos biológicos e físico-químicos, podendo ser utilizado tanto para a determinação de compostos inorgânicos como orgânicos. Baseado em medidas de absorção de radiação eletromagnéticas, sendo importante na identificação de grupos funcionais na molécula e muito útil na determinação quantitativa de compostos contendo grupos absorventes ou cromóforos (SARAN, 2012).

3.6.1. Transmitância e absorbância

A absorbância compreende a fração de energia luminosa que é absorvida por um dado material, sendo proporcional à concentração da espécie química absorvente. Enquanto a transmitância é a energia luminosa que consegue atravessar determinado material (Figura 18) (SARAN, 2012).

A cor de uma substância é uma característica dada devido absorção de certos comprimentos de ondas da luz branca que incide sobre elas, transmitindo apenas os comprimentos de ondas não absorvidos (SARAN, 2012).

Figura 18 - Luz absorvida (retida na solução) e luz transmitida.



Fonte: <https://kasvi.com.br/espectrofotometria-analise-concentracao-solucoes/#:~:text=A%20espectrofotometria%20%C3%A9%20um%20m%C3%A9todo,amplitude%20de%20comprimento%20de%20onda.>

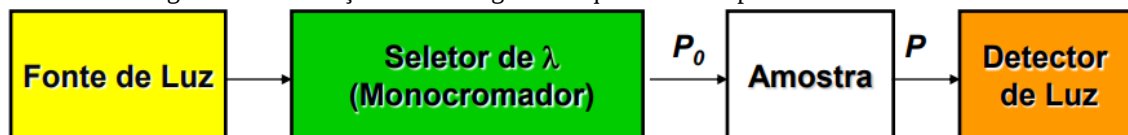
3.6.2. Espectrofotômetro

O espectrofotômetro é o equipamento utilizado para empregar essa técnica, ele mede os valores de transmitância e absorbância de uma solução, assim, a concentração de uma substância química também pode ser determinada. As partes essenciais de um espectrofotômetro são: uma fonte de energia; monocromador; células, ou cubetas, sendo elas feitas de vidro, ou quartzo, utilizadas para colocar o branco e a amostra; por fim, o detector (SARAN, 2012).

O funcionamento desse equipamento basicamente é: uma luz proveniente de uma fonte contínua passa por um monocromador, este, fará a seleção de um pequeno intervalo de comprimentos de onda do feixe incidente. Essa luz “monocromática” passa pela amostra de comprimento da cubeta, e a energia da luz que passa é medida (SARAN, 2012).

A seguir (Figura 19) está ilustrado um diagrama sequencial de uma espectrofotometria.

Figura 19 – Ilustração de um diagrama sequencial da espectrofotometria.



Fonte:

<https://www.fcav.unesp.br/Home/departamentos/tecnologia/LUCIANAMARIASARAN/fundamentos-de-espectrofotometria-uv-visivel-2012.pdf>

4. METODOLOGIA

No laboratório da refinaria, foi possível aplicar diretamente conhecimentos do curso, as análises físico-químicas do sal, as quais são utilizadas para observar se o sal está atendendo as especificações de um produto de qualidade.

Umas são presentes para todos os sais, como a umidade e a granulometria, que além de ter que atender as especificações adotadas pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989, essas são indicativas do processo na fábrica, podendo apontar possíveis perturbações, ou mesmo a melhor forma de trabalhar no dado momento.

Enquanto outras, como iodo e ferrocianeto, são adicionadas durante o processo, cabendo aos laboratoristas determinar a vazão de entrada de ambos. Os mesmos devem ser atentos à formatação das peneiras e a vazão de entrada do sal para garantir que estes elementos estejam sempre dentro dos parâmetros determinados, seja pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989, no caso do ferrocianeto, ou pela resolução da ANVISA (2013) na RDC Nº 23, de 24 de Abril de 2013, que estabelece os limites, mínimo e máximo, de teor de iodo, aceitáveis, para sais com fins de consumo humano.

Na sequencia estarão listadas as análises que foram aplicadas frequentemente, que são: granulometria; umidade; cálcio e magnésio; ferrocianeto e o iodo.

4.1. Granulometria

- Pesou-se 100g do sal;
- Levou-se a estufa a 100°C durante 1h (essa parte é somente necessária para sais refinados, a fim de soltar melhor o “pó” do sal);
- Selecionaram-se as respectivas peneiras para o sal;
- Colocou-se o sal no agitador de peneiras (Figura 20) (potência e tempo já estavam programados);
- Em seguida, pesaram-se os retidos em cada peneira.

Essa análise deve apontar possíveis problemas nas peneiras, bem como, respeitar as especificações para cada tipo de sal, determinadas pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989, onde ficam estabelecidos os tipos de sal conforme sua granulometria, sendo eles: sal grosso; sal peneirado; sal triturado; sal moído e sal refinado.

A seguir (Tabela 1) estão estabelecidos os tipos de sais, quais peneiras utilizadas em suas respectivas análises e qual a retenção, mínima ou máxima, para cada peneira (valores determinados pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989).

Tabela 1 - Tipos de sais, peneiras utilizadas e valores de referência.

SAL	PENEIRAS (Nº)	RETENÇÃO (%)	CONDIÇÃO
Sal grosso* ¹	—	—	—
Sal peneirado* ¹	—	—	—
Sal triturado* ¹	—	—	—
Sal moído	18	10	Máxima
Sal refinado	20	5	Máxima
Sal refinado	140	90	Mínima

*¹ - Sais sem especificações granulométricas.

Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Os números das peneiras (18, 20 e 140) estão de acordo com a classificação da ABNT (1989) na NBR 5734/1989, que estabelece as peneiras de ensaio e o ensaio de peneiramento.

A seguir (Figura 20) está ilustrado o agitador de peneiras, equipamento utilizado na análise granulométrica.

Figura 20 - Agitador de peneiras.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

4.2. Umidade

- Coletou-se a amostra da refinaria do sal;
- Levou-se ao laboratório e colocou-se 5g na balança analisadora de umidade (Figura 21) (este aparelho já estava programado para fazer a análise em 5 minutos a 150°C).

Um ponto importante sobre essa análise é que o sal deve ser retirado e, de preferência, ser levado para o laboratório para ser feita análise de imediato, para assim, ter um resultado mais preciso de como está o sal no processo, visto que a umidade é um dado que facilmente será alterado.

A umidade, em especial da matéria prima, nos dá indicativo de qual temperatura deve ser colocada no forno, no intuito de obter um produto com o mínimo de umidade possível.

Uma matéria prima úmida pode facilmente encrustar nas paredes das tubulações da refinaria, o que ocasionaria um desgaste do material, diminuição da sua vida útil e uma dificultosa manutenção.

Os valores de umidade permitidos para cada tipo de sal, estabelecidos pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989, estão no Anexo A.

Figura 21 - Balança analisadora de umidade.



Fonte: <https://br.ohaus.com/pt-BR/Products/Balances-Scales/Moisture-Analyzers/MB27/MB27>

4.3. Cálcio e Magnésio

- Em um Becker de 250 ml pesou-se 25 g de sal;
- Adicionou-se ao Becker, aproximadamente 200 ml de água destilada;
- Levou-se para o agitador-misturador magnético;
- Com o auxílio de um funil, passou-se essa mistura para um balão de 250 ml;
- Em seguida, adicionou-se água destilada a mistura, até seu volume indicado, e realizou-se uma nova agitação (de forma manual mesmo);
- Com o auxílio de uma pipeta, de preferência volumétrica, e um pipetador, passou-se 10 ml da solução para um Erlenmeyer de 250 ml;
- Em seguida, adicionou-se 25 ml de água destilada.

Até essa etapa, para ambos os elementos (Cálcio e Magnésio) o procedimento é inteiramente igual, tanto que, é feita uma mesma solução para ambas as análises.

Ao final, ambas as soluções serão tituladas pelo mesmo titulante, o EDTA (Figura 22).

Figura 22 - Titulante EDTA.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

4.3.1. Cálcio

- No Erlenmeyer com a solução adicionou-se:
 - 5 ml de Hidróxido de Sódio (Figura 23);
 - Indicador Ácido Calcon Carboxílico (Figura 24) (a solução ficou com uma cor rosa (Figura 25)).
- Com o auxílio de uma bureta, realizou-se a titulação até a viragem, quando a solução deixou de ter uma cor rosa-violeta e passou a ter uma cor azul (Figura 26).

Anotou-se o volume de titulação, esse valor foi aplicado na Equação 4, seu resultado é dado em porcentagem e corresponde a quantidade de Cálcio.

$$Ca(\%) = V_{EDTA}(ml) * 0,04008 \quad (4)$$

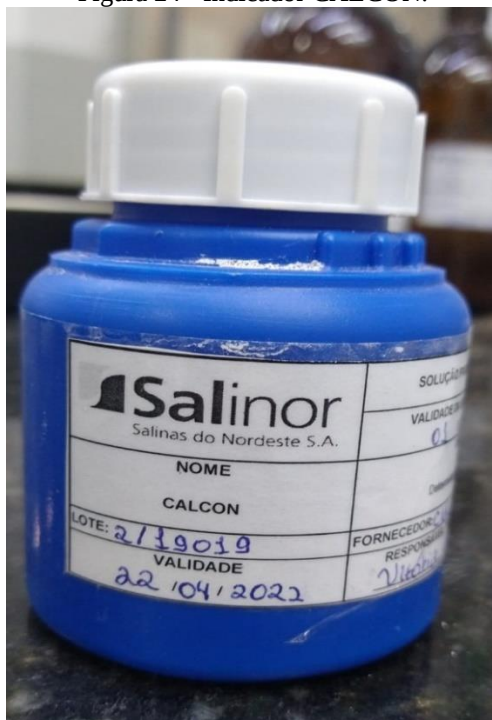
Onde, V_{EDTA} é o volume, em mililitros, utilizado na titulação da solução.

Figura 23 - Hidróxido de Sódio.



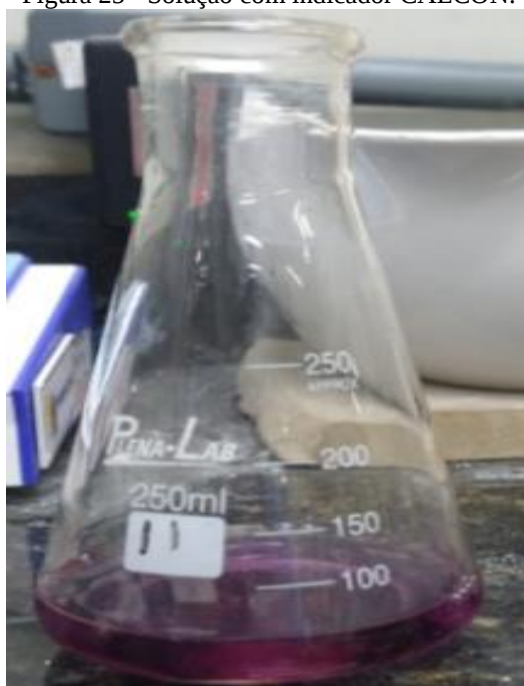
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 24 - Indicador CALCON.



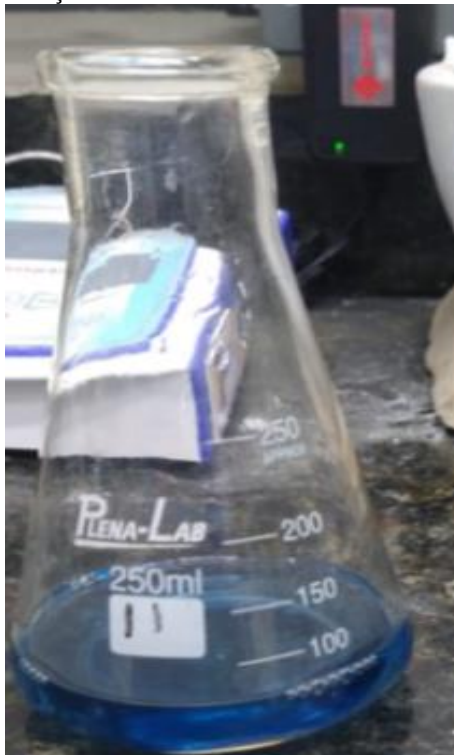
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 25 - Solução com indicador CALCON.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 26 - Solução com indicador CALCON titulada com EDTA.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

4.3.2. Magnésio

- No Erlenmeyer com a solução adicionou-se:
 - 10 ml de solução tampão (Figura 27);
 - Indicador Negro de Eriocromo T (Figura 28) (a solução ficou com uma cor rosa (Figura 29));
- Com o auxílio de uma bureta, realizou-se a titulação até a viragem, quando a solução, deixou de ter uma cor rosa-violeta e passou a ter uma cor azul (Figura 30).

Anotou-se o volume de titulação, esse valor foi aplicado na Equação 5, seu resultado é dado em porcentagem e corresponde a quantidade de Magnésio.

$$Mg(\%) = (V_{EDTA} - V_{EDTA(Ca)}) * 0,02432 \quad (5)$$

Onde, V_{EDTA} é o volume, em mililitros, utilizado na titulação e $V_{EDTA(Ca)}$ é o volume que foi utilizado na titulação do Cálcio.

Figura 27 - Solução Tampão.

Salinor Salinas do Nordeste S.A.	
NOME	SOLUÇÃO PADRÃO
Solução Tampão	VALIDADE DA SOLUÇÃO
MEIO	31.08.22
Frasco Âmbar	USO
FÓRMULA MOLECULAR	Determinação de pH
NH_4OH	CONCENTRAÇÃO
	g/l
	OBSERVAÇÕES

Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 28 - Indicador Negro de Eriocromo T.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 29 - Solução com indicador Negro Eriocromo T.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022)

Figura 30 - Solução com indicador Negro de Eriocromo T titulada com EDTA.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Estes elementos são indesejáveis no sal, por isso seus níveis de concentrações devem estar baixíssimos, respeitando o limite estabelecido pela ABNT (1989) na NBR 10.888/1989 (Anexo A).

Esse procedimento é o mais cuidadoso, visto que se deve observar bem o ponto de viragem da solução.

Esta análise é feita em uma capela (Figura 31) e ao se trabalhar com a solução tampão, é aconselhável ligar o exaustor da capela, pois a mesma exala um forte e incomodo odor.

Figura 31 - Capela.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

4.4.Ferrocianeto

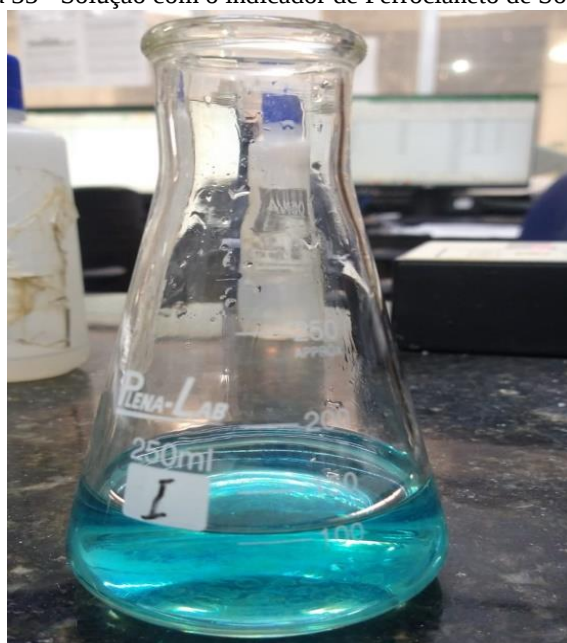
- Em um depósito, adicionou-se 20 g do sal;
- Em seguida, transferiu-se o sal para um Erlenmeyer e adicionou-se 100 ml de água destilada;
- Depois, agitou-se bem para dissolver por completo o sal, em seguida adicionou-se o reagente indicativo de ferrocianeto (Figura 32) (a solução adquiriu uma cor azul esverdeado (Figura 33));
- Deixou-se a solução “descansar” cerca de 5 minutos (em um local o qual não tenha incidência de luz);
- Paralelo a isso, preparou-se o espectrofotômetro (Figura 34) para a análise, retirou-se a cubeta e antes de usar lavou-se com água destilada e secou-se;
- Fez-se a leitura do “branco”, água destilada, e efetuou-se a análise para saber a concentração de Ferrocianeto em ppm, baseada na transmitância.

Figura 32 - Solução indicadora de Ferrocianeto de Sódio



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 33 - Solução com o indicador de Ferrocianeto de Sódio



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 34 – Espectrofotômetro.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Esse elemento é adicionado no processo, deverá respeitar a concentração máxima exigida segundo a ABNT (1989) na NBR 10.888/1989 (Anexo B).

De maneira geral, esse tipo de sal, apenas com a adição de ferro, são sais para fins industriais.

4.5. Iodo

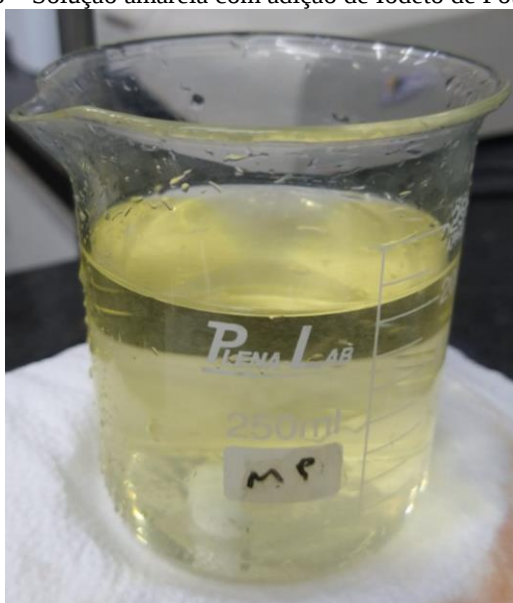
- Pesou-se, de preferência em um Becker de 250 ml, 10 g do sal;
- Adicionou-se 200 ml de água destilada;
- Em seguida, adicionou-se a solução:
 - 5 ml de Ácido Sulfúrico 1N (este pra auxiliar na dissociação);
 - 1 ml Iodeto de Potássio 10% (Figura 35) (a solução ficou amarelada (Figura 36));
 - 1 ml Amido a 1% (Figura 37) (a solução ficou cor roxa (Figura 38), este foi adicionado para facilitar a visualização do ponto de viragem);
- Levou-se a solução para o agitador magnético;
- Em seguida, fez-se a titulação com uma solução de Tiosulfato de Sódio 0,005N;
- Anotou-se o volume de titulação e verificou-se o valor correspondente, que já é tabelado, em concentração (ppm) de Iodo.

Figura 35 - Solução de Iodeto de Potássio.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 36 – Solução amarela com adição de Iodeto de Potássio.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 37 - Solução de Amido.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Figura 38 - Solução roxa com adição de Amido.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2022).

Como com o Ferrocianeto, este elemento será adicionado no processo, e pode-se dizer que é a mais importante análise, visto que os sais iodados são os sais para fins de consumo humano.

A sua análise é feita a cada meia hora, pois se deve ter um controle com sua concentração que deve respeitar os valores, máximo e mínimo, permitidos pela ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) previstos no artigo 5º (Art. 5º) na resolução da RDC Nº 23, de 24 de Abril de 2013, “Somente será considerado próprio para consumo humano o sal que contiver o teor igual ou superior a 15 (quinze) miligramas até o limite de 45 (quarenta e cinco) miligramas de iodo por quilograma de produto”. (ANVISA, 2013).

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Salinor é uma empresa destaque na produção do sal, que é um bem de consumo amplamente utilizado.

Este estágio veio para somar no melhor aprendizado dos processos que compõe a produção de um bem consumo vastamente utilizado, bem como processos feitos no laboratório, aplicando e vendo o conhecimento adquirido ao longo do curso.

Fazendo, diariamente, análises físico-químicas, sejam para ver a alteração de alguma variável, perturbação, no sistema, assim sendo necessária a correção da mesma, ou ainda que seja para confirmar que esteja dentro dos parâmetros de operação, mas todos com o intuito de garantir o controle de qualidade do produto.

A bagagem adquirida ao longo do estágio com certeza será de muita importância na minha formação como engenheiro químico, vendo uma, das mais diversas áreas de aplicação do meu curso, e sem duvida será um aprendizado que irá me acompanhar e me engrandecer ao longo de toda minha carreira profissional.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

LEONEZ, Fernanda. **MANUAL DE INTEGRAÇÃO**: um pouco da história do sal. UM POUCO DA HISTÓRIA DO SAL. 2021. Disponível em: <https://www.salinor.com.br/>. Acesso em: 1 mar. 2022.

LEONEZ, Fernanda. **MANUAL DE INTEGRAÇÃO**: nossa história. NOSSA HISTÓRIA. 2021. Disponível em: <https://www.salinor.com.br/>. Acesso em: 3 mar. 2022.

SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W.. **Química Inorgânica**. 3. ed. Porto Alegre - Rs: Artmed Editora S.A., 1999. 795 p. Tradução de Maria Aparecida B. Gomes, Doutora em Ciência (Química) pela UFSCar, Professora Adjunta do Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná.

BEZERRA, Mateus Freire. **ACOMPANHAMENTO DO PROCESSO PRODUTIVO E ANÁLISE DE QUALIDADE DE SAL MARINHO NA EMPRESA SALINOR – SALINAS DO NORDESTE S.A.** 2020. 35 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Departamento de Engenharia e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2020. Disponível em: https://repositorio.ufersa.edu.br/bitstream/prefix/6377/1/MateusFB_REL.pdf. Acesso em: 12 maio 2022.

ALBUQUERQUE JÚNIOR, Edmilson Barros de. **ANÁLISE E CONTROLE DE QUALIDADE NA PRODUÇÃO DO SAL E SALMORA NA SALINOR- SALINAS DO NORDESTE S/A.** 2018. 38 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Departamento de Engenharia e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2018. Disponível em: https://repositorio.ufersa.edu.br/bitstream/prefix/4948/1/Edmilson%20BAJ_REL.pdf. Acesso em: 12 maio 2022.

SALINOR - SALINAS DO NORDESTE S/A (Rio Grande do Norte). **A EMPRESA**. 2021. Disponível em: <https://www.salinor.com.br/a-empresa/>. Acesso em: 12 maio 2022.

SALINOR - SALINAS DO NORDESTE S/A (Rio Grande do Norte). **SALINOR**. 2021. Disponível em: <https://www.salinor.com.br/>. Acesso em: 12 maio 2022.

VASCONCELOS, Nadja Maria Sales de. **Fundamentos de Química Analítica Quantitativa**. 2. ed. Fortaleza - Ce: Editora da Universidade Estadual do Ceará – Eduece, 2019. 196 f.

SARAN, Luciana Maria. **FUNDAMENTOS DE ESPECTROSCOPIA MOLECULAR UV-VISÍVEL**. Jaboticabal: Fcva/Unesp Jaboticabal, 2012. 44 slides, color. Disponível em: <https://www.fcav.unesp.br/Home/departamentos/tecnologia/LUCIANAMARIASARAN/fundamento-s-de-espectrofotometria-uv-visivel-2012.pdf>. Acesso em: 17 maio 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10888: CLORETO DE SÓDIO - SAL PARA ALIMENTAÇÃO HUMANA - ESPECIFICAÇÕES**. 3 ed. Brasília - DF: ABNT, 1989. 7 p.

MINISTÉRIO DA SAÚDE - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). Constituição (1999). Resolução nº 23, de 24 de abril de 2013. Dispõe sobre o teor de iodo no sal destinado ao consumo humano e dá outras providências. **Rdc**. BRASÍLIA, DF: ANVISA, Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2013/res0023_23_04_2013.html#:~:text=RESOLU%C3%87%C3%83O%20DA%20%2D%20RDC%20N%C2%BA%2023,III%20e%20IV%2C%20do%20art.. Acesso em: 21 maio 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5734: PENEIRAS PARA ENSAIO COM TELAS DE TECIDO METÁLICO**. Brasília - DF: ABNT, 1989.

ANEXO A - TABELA DE CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E QUÍMICAS DOS DIFERENTES TIPOS DE SAL PARA ALIMENTAÇÃO HUMANA

TIPOS	Impurezas						NaCl (Por diferença)	
	Valores máximos (%)						Valores Mínimos (%)	
	Unidade	Insolúveis	Cálcio	Magnésio	Sulfato		Base úmida	Base seca
Sal tipo I	2,500	0,100	0,070	1,050	0,210		96,96	99,46
Sal tipo II	3,00	0,210	0,140	1,080	0,420		95,99	98,99
Sal refinada extra ^(A)	0,100	0,050	0,030	1,020	0,130		99,66	99,76
Sal refinada ^(A)	0,200	0,070	0,070	1,070	0,230		99,19	99,39

(A) Não considerados os aditivos relacionados na Tabela 2.

As características dos sais do tipo: grosso, peneirado, triturado e moído; estão incluídas em *Sal tipo I* e *Sal tipo II*.

ANEXO B – TABELA DE ADITIVOS

Classe	Aditivo	Código	Limite de emprego em g por 100 g
Antiumectante	Carbonato de cálcio	AU I	2,5
	Carbonato de magnésio	AU II	2,5
	Fosfato tricálcio	AU III	2,5
	Citrato de ferro amoniacal	AU IV	0,002
	Silicato de cálcio	AU V	1,0
	Silicato de sódio e alumínio	AU VII	1,0
	Dióxido de silício	AU VIII	1,0
Antiaglomerante	Ferrocianeto de sódio ou Ferrocianeto de potássio	AU VI	0,0005