

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO
GRANDE DO NORTE – CAMPUS MACAU**

KÉRCIA DE ARAÚJO MELO

RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO

Análises físico-químicas do sal produzido na empresa Salina Soledade

MACAU/ RN, 2015.

KÉRCIA DE ARAÚJO MELO

RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO

Análises físico-químicas do sal produzido na empresa Salina Soledade

Relatório de Estágio Supervisionado submetido ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte – *Campus* Macau como requisito parcial para obtenção do título de Técnico em Química.

Professor orientador: Samuel Pedro Dantas Marques.

Supervisor do estágio: Francil Nóbrega de Freitas Lopes.

Macau – RN, 2015.

Dedico primeiramente a Deus e a meus pais que foram de fundamental importância em meu crescimento acadêmico, amigos e professores que no decorrer de minha formação sempre me incentivaram e me impulsionaram a chegar até aqui.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por todas as oportunidades recebidas, desde a aprovação no curso até os dias de hoje.

A minha família, na pessoa dos meus pais Maria José de Araújo Melo e José Rosinaldo Vieira de Melo onde dia após dias foram me incentivando e dando o que podia por mim, eles que realmente lançaram todas as cartas na mesa sem medo de perder, ao meu tio, Jailson Vieira de Melo no qual foi o meu incentivo durante minha formação a minha irmã Kamila de Araújo Melo que também muito me ajudou.

A todos os meus professores do Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte Campus Macau, que foram a minha base durante estes anos, em especial aos professores, Érico Moura, Saulo Gregory, Gustavo, Genikson, Thiago Jerfesson e Paulo Roberto que não mediram esforços, tempo e disposição para me auxiliar sempre que necessário.

Ao meu professor Samuel Pedro no qual se dispôs de seu tempo, para com muita atenção e dedicação me orientar neste relatório final, onde o mesmo foi muito prestativo e atencioso, me auxiliando e tirando todas as minhas dúvidas, a ele deixo todo o meu agradecimento, pois graças a sua ajuda consegui concluir mais uma etapa da minha vida.

Agradeço de forma carinhosa a meus colegas de classe nas pessoas de Jully Mônica, Paulo Henrique e Maria Deuzilene, que durante estes anos não foram apenas colegas de classe, mais foram mais que amigos, foram irmãos, onde lutamos e batalhamos juntos até chegarmos no pódio de nossa etapa que simplesmente se inicia.

Agradeço a Salina Soledade, pela oportunidade de estágio e a todos aqueles que conviveram comigo durante esses seis meses. Obrigada a Hilana que com tamanha paciência me ajudou e me orientou no meu primeiro mês, Eliziária Nunes e Francil Nóbrega por sempre estarem dispostos a ajudar e tirar todas as dúvidas que foram surgindo no decorrer do estágio.

“Os elementos químicos doam uma de suas partículas, o Elétron, para outros elementos químicos, ficando com cargas positivas. Assim também são as pessoas: toda vez que damos parte de nós a alguém, ficamos satisfeitos coma felicidade alheia. Isto caracteriza a mais pura e plena filantropia”.

(Daniel Melgaço)

RESUMO

O sal é uma substância largamente utilizada para o consumo humano e que também apresenta aplicações, industriais, no campo da estética, limpeza, etc. Sua produção na Salina Soledade, no município de Macau-RN, dá-se inteiramente por processos naturais, onde pode-se classificar três pontos de fundamental importância para a sua produção: o vento, o sol e um solo impermeável. A baixa permeabilidade do solo favorece o processo de evaporação da água do mar até que ocorra a cristalização. A partir daí ocorre a colheita, lavagem, estocagem e a moagem para assim poder ser distribuído. A Salina Soledade produz diversos tipos de sais, dentre eles estão o sal peneirado, extra-fino, moído normal, grosso e xerém, onde os mesmos podem ser iodados ou não. Após produzidos passam por análises físico-químicas de cálcio, magnésio, sulfato, cloreto de sódio- BS (base seca) e BU (base úmida), iodo metalóide, ferrocianeto de sódio, umidade, resíduos insolúveis, além de análises granulométricas. O presente relatório demonstra todas as atividades desenvolvidas pelo estagiário tanto no campo da produção de sal, bem como no laboratório de análises físico-químicas da Salina Soledade no período de 13/10/2014 a 10/04/2015.

Palavras Chaves: Salina Soledade, produção, Sal.

ABSTRACT

The salt is a substance widely used for human consumption and which also has, industrial, in the field of cosmetic, cleaning, etc. Its production in Saline Soledade, municipality of Macau-RN, takes place entirely by natural processes, which can be classified three points of fundamental importance for their production: the wind, the sun and a waterproof ground. The low permeability soil favors the sea water evaporation process until crystallization occurs. From there occurs the collection, washing, storage and milling strength to be distributed. The Saline Soledade produces various types of salts, among them are the sifted salt, extra fine, regular ground, thick corn starch and where they can be iodinated or not. After produced undergo physical and chemical analysis of calcium, magnesium, sulfate, chloride sodium-BS (dry basis) and BU (wet basis), iodine metalloid, sodium ferrocyanide, moisture, insoluble residues, and grain size analysis. This report shows all activities undertaken by the trainee both in the field of salt production as well as in the laboratory of physical and chemical analysis of Saline Soledade in the period from 13.10.2014 to 10.04.2015.

Key - words: Saline Soledade. Production. Salt.

IDENTIFICAÇÃO DO CAMPO DE ESTÁGIO

Identificação da empresa:

Nome: Salina Soledade Ltda.

Endereço: Unidade produtora: Estrada Macau/ Barreiras, KM-22, CEP: 59500-000 – Macau/RN.

Escritório: Av. Duque de Caxias, 76 – Ribeira, CEP: 59012-200 – Natal/RN

Telefone: (84) 40086600

Área da empresa onde foi realizado o estágio:

Setor/ Local de estágio: Área Industrial em Macau

Data de início: 13/10/2014

Data de término: 10/04/2015

Duração em horas: 480 horas

Profissional responsável pelo estágio: Francil Nóbrega de Freitas Lopes

Função na empresa: Gerente Industrial/ Engenheiro Químico

Registro: CRQ nº 15300197

LISTA DE FÓRMULAS E ABREVIATURAS

| | |
|-------------------------------------|--|
| ANVISA | Agência Nacional de Vigilância Sanitária |
| MAPA | Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento |
| IDEMA | Instituto de Desenvolvimento Econômico e Meio Ambiente |
| NaCl | Cloreto de Sódio |
| CaSO ₄ | Sulfato de Cálcio |
| MgSO ₄ | Sulfato de Magnésio |
| MgCl ₂ | Cloreto de Magnésio |
| NaBr | Brometo de Sódio |
| EDTA | Etilenodiamino tetra-acético |
| BS | Base seca |
| BU | Base úmida |
| °Bé | Graus Baumé |
| pH | Potencial hidrogeniônico |
| ppm | Partes por milhão |
| Na ₄ Fe(CN) ₆ | Ferrocianeto de Sódio |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1 – Métodos de obtenção do cloreto de sódio..... | 17 |
| Figura 2 – Captação da água do mar através das bombas..... | 18 |
| Figura 3 – Fase de evaporação e deposição dos componentes da água do mar. | 19 |
| Figura 4 – Visão aérea dos evaporadores e dos cristalizadores da Salina Soledade..... | 20 |
| Figura 5 – Processo de colheita do sal da Salina Soledade. | 20 |
| Figura 6 – Processo de lavagem por meio de lavador e por spray. | 21 |
| Figura 7 – Processo de estocagem do sal. | 22 |
| Figura 8 – Sacarias da Salina Soledade a) Sacaria Elefante 25kg b) Sacaria Soledade 50kg c) Sacaria em bags | 23 |
| Figura 9 – Processo de embarque de sacarias de 25kg, 50kg e big bags. | 23 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 1 – Valores de eficiência de lavagens..... | 21 |
| Tabela 2 – Padrão de ferro obtido de acordo com a quantidade de solução de ferrocianeto. . | 25 |
| Tabela 3 – Controle granulométrico | 28 |
| Tabela 4 – Características físico-químicas do sal tipo II | 34 |
| Tabela 5 – Média dos resultados das análises físico – químicas do sal tipo moido normal com iodo produzido em fevereiro de 2015..... | 34 |
| Tabela 6 – Média dos resultados das análises físico – químicas do sal tipo peneirado produzido em fevereiro de 2015..... | 35 |
| Tabela 7 – Resultados das análises físico – químicas da água da maré/ fevereiro 2015..... | 36 |
| Tabela 8 – Resultados da análise físico – químicas da salmoura de lavagem | 37 |
| Tabela 09 - Resultados da análise físico – químicas do sal não lavado referente a safra 14/15 | 37 |
| Tabela 10 – Resultados das análises físico-químicas do sal lavado referente a safra 14/15 .. | 38 |

SUMÁRIO

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO..... | 14 |
| 2 | OBJETIVOS..... | 16 |
| 2.1 | Objetivo Geral | 16 |
| 2.2 | Objetivos Específicos..... | 16 |
| 3 | ATIVIDADES DESENVOLVIDAS | 17 |
| 3.1 | Unidade produtiva (produção e beneficiamento na salina soledade) | 17 |
| 3.1.1 | <i>Processo de fabricação do produto na empresa (resumo).....</i> | 17 |
| 3.1.2 | <i>Captação da água do mar.....</i> | 17 |
| 3.1.3 | <i>Evaporação e cristalização</i> | 18 |
| 3.1.4 | <i>Colheita.....</i> | 20 |
| 3.1.5 | <i>Lavagem.....</i> | 20 |
| 3.1.6 | <i>Estocagem.....</i> | 22 |
| 3.1.7 | <i>Beneficiamento.....</i> | 22 |
| 3.1.8 | <i>Embarque.....</i> | 23 |
| 3.2 | Monitoramento da produção..... | 23 |
| 3.3 | Recolhimento das amostras..... | 24 |
| 3.4 | Preparo de soluções | 24 |
| 3.4.1 | <i>Solução tampão pH:10 (determinação do teor de magnésio).....</i> | 24 |
| 3.4.2 | <i>Solução de hidróxido de sódio a 20% (determinação do teor de cálcio)</i> | 24 |
| 3.4.3 | <i>Indicador sulfato amoniacal (determinação de ferrocianeto).....</i> | 24 |
| 3.4.4 | <i>Solução padrão de ferrocianeto 5, 7,5 1 10 ppm.....</i> | 25 |
| 3.4.5 | <i>Solução de Iodeto de potássio a 10% (determinação do teor de iodo).....</i> | 25 |
| 3.4.6 | <i>Solução de amido a 1% (determinação do teor de iodo).....</i> | 25 |
| 3.4.7 | <i>Indicador negro ericromo T (titulação do magnésio).....</i> | 26 |
| 3.4.8 | <i>Indicador ácido calconcarboxílico (titulação do cálcio).....</i> | 26 |
| 3.4.9 | <i>Solução de tiosulfato de sódio 0,01M e 0,005M (titulação do teor de iodo).....</i> | 26 |
| 3.4.10 | <i>Solução de ácido sulfúrico 1N(teor de iodo).....</i> | 26 |
| 3.4.11 | <i>Solução de EDTA 0,01M (titulação do cálcio e magnésio).....</i> | 26 |
| 3.4.12 | <i>Padrão do cálcio 0,01M (Fatoração do EDTA 0,01M).....</i> | 27 |
| 3.4.13 | <i>Solução de ácido clorídrico 6N (preparo da solução padrão de cálcio)....</i> | 27 |
| 3.4.14 | <i>Nitrato de prata 0,4% (determinação de insolúveis).....</i> | 27 |
| 3.4.15 | <i>Solução de ácido nítrico diluído a 43% (determinação do teor de insolúveis).....</i> | 27 |
| 3.5 | Granulometria..... | 28 |
| 3.6 | Laudos..... | 28 |
| 3.7 | Análises físico-químicas..... | 28 |
| 3.7.1 | <i>Determinação de resíduos insolúveis.....</i> | 28 |
| 3.7.2 | <i>Determinação de umidade (H₂O).....</i> | 29 |
| 3.7.3 | <i>Determinação de cálcio.....</i> | 29 |
| 3.7.4 | <i>Determinação de magnésio.....</i> | 30 |
| 3.7.5 | <i>Determinação de sulfato no NaCl</i> | 30 |
| 3.7.6 | <i>Determinação de ferrocianeto.....</i> | 31 |
| 3.7.7 | <i>Determinação de iodo metaloide.....</i> | 31 |
| 3.7.8 | <i>Análise granulométrica</i> | 31 |

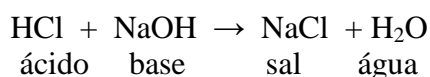
| | | |
|----------|--|-----------|
| 3.7.9 | <i>Análise da água maré.....</i> | 31 |
| 3.7.10 | <i>Determinação da salinidade.....</i> | 32 |
| 3.7.11 | <i>Determinação do pH.....</i> | 32 |
| 3.7.12 | <i>Teor de cálcio.....</i> | 32 |
| 3.7.13 | <i>Teor de magnésio.....</i> | 32 |
| 4 | RESULTADOS E DISCURSSÕES..... | 34 |
| 4.1 | Características do sal marinho..... | 34 |
| 4.2 | Análise da produção..... | 34 |
| 4.3 | Análise da salmoura..... | 35 |
| 4.4 | Análise da colheita..... | 36 |
| 5 | CONCLUSÃO..... | 39 |
| 6 | REFERENCIAS..... | 40 |

1 INTRODUÇÃO

A designação “Sal” dado ao composto inorgânico cloreto de sódio (NaCl) surgiu na época do império romano, de onde derivava da palavra salário, naquela época os soldados recebiam uma iguaria muito cara como pagamento de seus serviços, esta iguaria era o sal, no qual poderia ser trocado por alimentos, vestimentas, armas, etc (FELTRE, 2004).

O NaCl é um dos mais importantes sais conhecidos na química inorgânica, sendo ele um sólido cristalino e branco. Pode ser utilizado em diversos meios, principalmente na alimentação servindo como tempero para dar sabor a comida, mas o mesmo pode ser usado também na fabricação de sabão, conservação de alimentos, indústria têxtil, petroquímica, química, extração de petróleo, curtumes, cosméticos, dentre outros (LEE, 2000).

O cloreto de sódio pode ser produzido a partir de uma reação entre um ácido e uma base, num processo conhecido como neutralização (conforme reação abaixo). É um composto inorgânico de fundamental importância para a saúde do ser humano, pois o mesmo possibilita ao nosso corpo a executar algumas funções como, por exemplo: a regularização da pressão sanguínea, além de ser útil na absorção de alguns nutrientes pelo intestino. Ao mesmo tempo, tendo em vista seu consumo excessivo pela população, vem causando diversos problemas no que se refere a doenças relacionadas ao aumento da pressão arterial.



O cloreto de sódio é encontrado em grande quantidade na água do mar e seu processo de produção nas salinas ocorre principalmente através de processos físicos (REIS, 2010).

No Brasil sua produção ocorre principalmente em indústrias salineiras. O município de Macau-RN é um dos maiores produtores de sal do Brasil, concentrando diversas empresas salineiras devido a diversos fatores tais como: baixa permeabilidade do solo, ventos fortes e constantes, alta taxa de insolação e água com elevado teor de salinidade (SILVA, 2001; MAIA et al., 2011; COSTA et al., 2013).

A empresa Salina Soledade Ltda, foi fundada em 1969, no distrito da Soledade, município de Macau/RN, onde continua localizada a unidade produtora. O escritório de administração localiza-se em Natal/RN. A mesma produz sal para diversas utilizações, sendo todos produtos regulados através de rigorosos testes de qualidade, atestado pelo laboratório situado na própria empresa, que obedecem aos parâmetros exigidos por empresas nacionais e internacionais.

O presente relatório de estágio supervisionado refere-se às atividades desenvolvidas no laboratório de análises físico-químicas para controle de qualidade dos produtos comercializados na Salina Soledade e todo o seu processo de produção

Serão descritos o processo desde a fabricação ao controle de qualidade realizado através de análises físico-químicas do sal.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

- Construir um perfil profissional através da vivência prática diária com os conhecimentos apreendidos ao longo do estágio, visando um maior desenvolvimento nas práticas laboratoriais, exercitando as responsabilidades que um técnico em química tem no campo de produção e qualidade de determinados produtos.

2.2 Objetivos específicos

- Conhecer o processo produtivo do sal marinho, analisando e monitorando a qualidade para o produto final;
- Estudar as propriedades, a partir das análises físico-químicas realizadas na Salina Soledade;
- Comparar os resultados das análises com as especificações de acordo com a legislação referente a qualidade do sal;
- Relacionar o aprendizado obtido no período do curso técnico com as atividades realizadas no período de estágio.

3 ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

Durante o período de estágio as atividades desenvolvidas foram: acompanhamento na unidade produtiva, monitoramento da produção, recolhimento das amostras, preparo de soluções, granulometria, análises físico-químicas e a preparação de laudos.

3.1 UNIDADE PRODUTIVA (produção e beneficiamento na salina soledade)

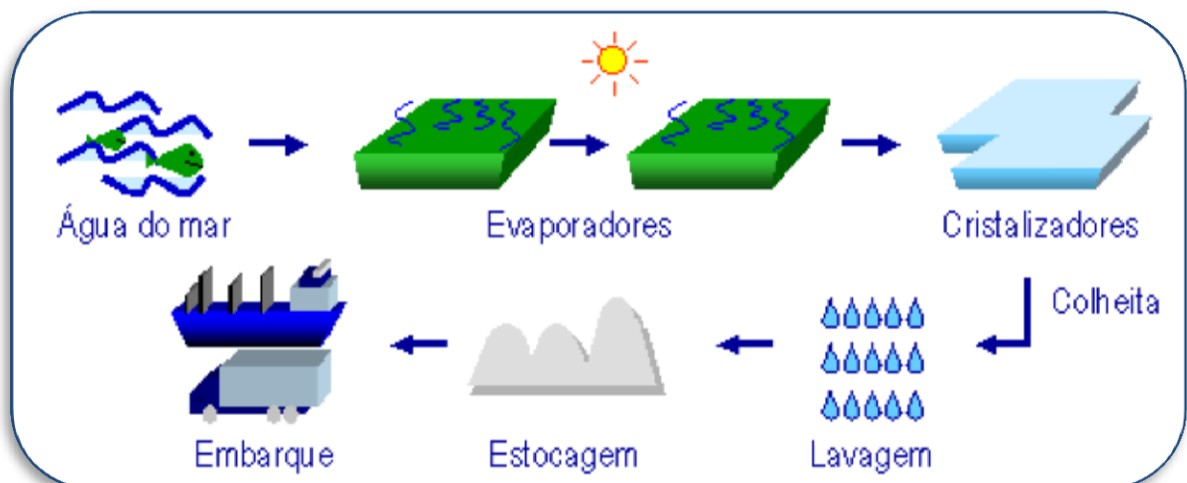
Abaixo será descrito todo o procedimento de produção de sal acompanhado pelo estagiário na salina soledade, desde a captação da água do mangue, produção e distribuição.

3.1.1 Processo de fabricação do produto da empresa (resumo)

O processo de produção do sal marinho inicia-se com a captação da água do mangue (água de maré) através de bombas ou por gravidade que abastecem os evaporadores. A partir daí realizam um longo caminho utilizando principalmente a força do vento, até que a água da maré assuma o teor adequado de salinidade (salmoura) para que ocorra a precipitação dos cristais de NaCl.

A salmoura obtida é transferida para os cristalizadores, onde ocorrerá a precipitação e a partir daí dar se início ao processo de colheita, lavagem, estocagem e embarque conforme ilustra simplificadamente a figura abaixo.

Figura1: Métodos de obtenção do Cloreto de Sódio



Fonte: Tchê Química, 2015

3.1.2 Captação da água do mar

O processo dá-se início através da captação da água salgada por meio de um braço de mar, que ocorre de duas formas, isto de acordo com a área, pois a Salina Soledade é dividida

em **área velha** e **área nova**. Na área velha a captação da água do mar, se dá pela gravidade, no decorrer do percurso é utilizado bombas, devido ao desnível da área, o que impede a manutenção do nível da água constante nos evaporadores, que utilizam um total de três bombas. Na área nova a captação é feita através de bombas elétricas, para manter o nível dos evaporadores, havendo parte do percurso que é realizado por gravidade e outras partes devido ao desnível também utilizam-se bombas, sendo estas num total de 4 bombas utilizadas nesta área. Quando os ventos diminuem impossibilitando a salmoura seguir adiante nos evaporadores utiliza-se uma bomba móvel para estes casos (LOPES, 2007).

Figura 2: Captação da água do mar através das bombas (A.N).



Fonte: Autor, 2015.

3.1.3 Evaporação e Cristalização

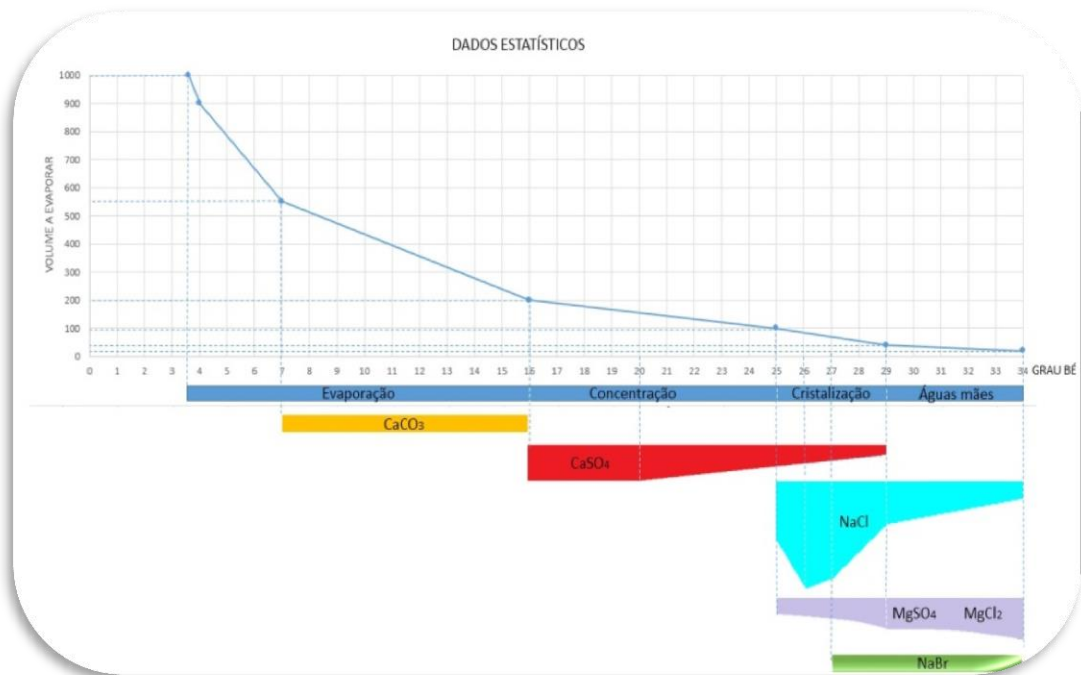
A salina possui cerca de 15 evaporadores e 4 cristalizadores na área velha, 11 evaporadores e 07 cristalizadores na área nova. Como mencionado anteriormente na área velha a água é captada diretamente do braço de mar, abrindo suas comportas para abastecer os evaporadores enquanto que na área nova esta captação ocorre através da utilização de bombas. Toda a salmoura que é captada entra no primeiro evaporador e segue todo um percurso, dentre os demais evaporadores, até que a salmoura atinja o grau adequado para abastecer os cristalizadores.

A concentração inicial da salmoura é entre 4.0 e 4,8° Bé e para que ocorra a cristalização é necessário que se chegue até aproximadamente 25° Bé. Este aumento da

salinidade se dá devido ao caminho percorrido, pois quanto maior o percurso maior será a evaporação e conseqüentemente a concentração de sal.

Ao longo da área de evaporação ocorre a precipitação de CaCO_3 e CaSO_4 , dependendo de sua concentração, como é demonstrado no gráfico abaixo (figura 3).

Figura 3: Fase de evaporação e deposição dos componentes da água do mar



Fonte: Henrique Lage Salineira do Nordeste S/A

Atingidos 25° Bé, a salmoura é transferida para os cristalizadores onde ocorre a precipitação do cloreto de sódio. Os níveis da salmoura nos cristalizadores devem ser de 15 a 35 cm exceto em períodos chuvosos, quando o nível da salmoura nos cristalizadores devem estar no mesmo nível da comporta, para que não haja a dissolução da laje de sal devido água da chuva.

Quando a salmoura nos cristalizadores adquire a concentração de 28° Bé a 28,5° Bé, esta é drenada para uma vala onde são armazenados as águas mães e a água do decantador, cada um ao seu tempo, que irá retornar ao evaporador 09 da área nova, tornando assim um circuito fechado na produção, mas isto se dá a fim de evitar a precipitação do magnésio, o que vem a ser prejudicial para a qualidade do sal. Esta mesma vala recebe também a água da chuva no período chuvoso, mas a água doce é descarregada para a maré, pois não causará nenhum dano ao meio ambiente (LOPES, 2007).

Figura 4: Visão aérea dos evaporadores e dos cristalizadores

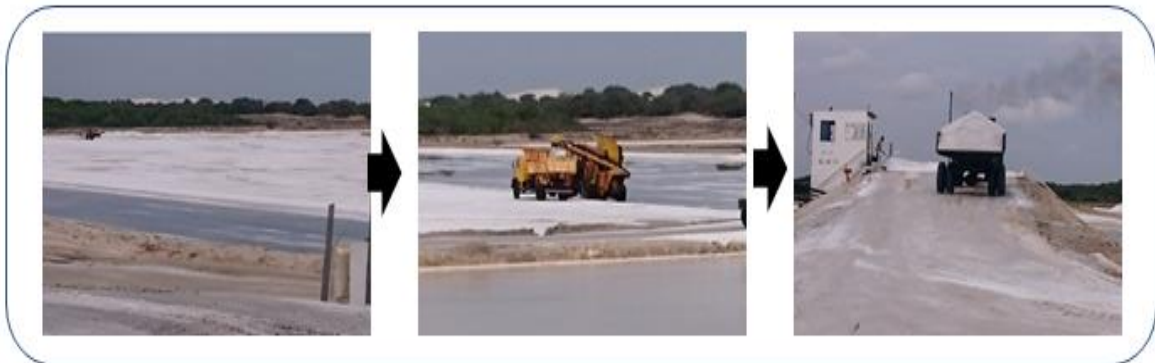


Fonte: www.salinasoledade.com.br

3.1.4 Colheita

Após o processo de evaporação e cristalização inicia-se a colheita, isso ocorre quando as lâminas de sal dos cristalizadores atingem um mínimo de 12 cm. A mesma é realizada de forma mecânica com o uso de colheitadeiras, caçambas, caminhões e tratores, que auxiliam no transporte do sal até o lavador. Na salina soledade a colheita inicia-se geralmente no segundo semestre do ano e termina no primeiro trimestre do ano seguinte.

Figura 5: Processo de colheita do sal na Salina Soledade



Fonte: Autor, 2015

3.1.5 Lavagem

A limpeza do sal consiste em sua lavagem, que tem como objetivo diminuir os teores de materiais insolúveis de cálcio, magnésio, sulfato e demais impurezas que possam ser encontradas. Este processo começa com o descarregamento do sal colhido em um funil que por meio de uma esteira transporta o sal não lavado até o lavador, no qual é imerso em uma salmoura proveniente do tanque de decantação. Logo após é lavado por meio de spray

formado a partir de uma água de baixa densidade que é captada por bombas localizadas no rio Corta cachorro (LOPES, 2008).

Figura 6 – Processo de lavagem por meio de lavador e por spray.



Fonte: Autor, 2015.

A bomba do spray permanece ligada, enviando água para os tanques de decantação de salmoura pelo período que for necessário para o acerto da concentração. A densidade da salmoura de lavagem é alterada em função das análises que são realizadas na salmoura que entra e sai dos lavadores, com a finalidade de se obter a qualidade específica, com o menor desperdício do sal. Quando a salmoura atingir a concentração de 2,5 g/l para o cálcio e/ou 12,0 g/l para o magnésio é drenada do decantador (LOPES, 2008).

Quando a densidade da salmoura atingir ou ficar próximo 23° Bé é necessário deixar a bomba do spray ligada o tempo que for necessário para seu acerto. Pode ser também aberta a comporta do tanque decantador para a drenagem da salmoura mais pesada, facilitando a correção da densidade (LOPES, 2008).

A salmoura de lavagem do sal é coletada duas vezes por semana pelo setor de laboratório para análises de cálcio, magnésio e densidade, sendo coletada apenas na entrada do lavador e tendo que estar entre os seguintes parâmetros indicados na tabela 1. A lavagem é de fundamental importância neste meio de produção, pois caracteriza a qualidade do sal que será comercializado.

Tabela 1: Valores de eficiência de lavagem.

| | | |
|--------------------------|-----------------|----------------|
| Valor Máximo de Cálcio | 2,5 g/l | |
| Valor Máximo de Magnésio | 12,0 g/l | |
| Densidade | Mínima 21,0 °Bé | Máxima 23,0°Bé |

Fonte: Procedimento de sistema de qualidade da salina soledade, 2008.

3.1.6 Estocagem

Após o processo de lavagem o sal é estocado a céu aberto sempre em forma de pirâmide. A forma piramidal facilita o escoamento da salmoura de lavagem, dessa forma, existe um decréscimo da umidade do sal de forma mais acentuada. Este processo é chamado de cura, no qual influencia na redução da umidade e do magnésio. Após o término da colheita, “as cabeças das pirâmides” são aplainadas com um trator de esteiras de forma a evitar a formação de “poças” de água doce durante o inverno, contribuindo para a diminuição da quantidade de sal na pilha (LOPES, 2008).

Figura 7: Processo de estocagem do sal



Fonte: Autor, 2015.

3.1.7 Beneficiamento

O sal beneficiado passa por processos distintos, variando de acordo com a sua finalidade podendo ele ser triturado, peneirado, extrafino, grosso, xerém ou moído. A Salina Soledade trabalha com sacarias de 25kg, 50kg e em bags de 1000 kg.

Quando solicitado pelo cliente adiciona-se ao sal o iodo metalóide sob a forma de iodato de potássio (KIO_3) e o ferrocianeto de sódio ($Na_4Fe(CN)_6$). A adição do iodo no produto é realizada com a finalidade de evitar algumas doenças, sendo este indispensável ao funcionamento do organismo dos mamíferos. A falta de iodo no nosso organismo pode desenvolver o bócio, ou seja, o aumento da glândula da tireoide. De acordo com a norma utilizada pela Salina Soledade o teor de iodo no sal tem que variar de 10 à 30 ppm, sendo adicionado na concentração de 10 à 15 ppm tendo em vista que o kg de iodo tem um custo maior que uma tonelada do sal.

A adição do ferrocianeto de sódio dá-se como anti-umectante evitando o empedramento ou o aglomeramento do cloreto de sódio. Na Salina Soledade utiliza-se o valor máximo de 5 ppm na produção do sal.

Figura 8: Sacarias da Salina Soledade a) elefante 25 kg b) Soledade 50 kg c) bags.1000 kg

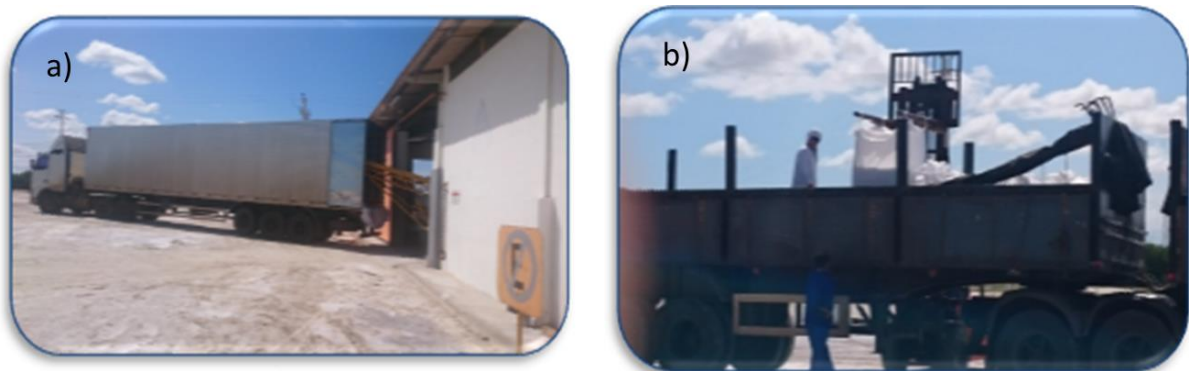


Fonte: Autor, 2015.

3.1.8 Embarque

Durante todo o processo da produção até a estocagem são realizadas análises físico-químicas no laboratório, verificando desta forma se o produto está dentro de todas as especificações e finalmente pronto para o embarque.

Figura 9: Processo de embarque de sacarias de 25kg e 50kg (a) e embarque de big bags (b).



Fonte: Autor, 2015.

3.2 Monitoramento da Produção

Se dá por meio da observação de todo o processo, desde a captação da água do mar, até o embarque. Analisando o funcionamento de todo o maquinário, e dos funcionários que trabalham na moagem, para que todos sigam de acordo com as boas práticas de fabricação

(BPF). BPF é um decreto que abrange um conjunto de medidas nas quais devem ser adotadas pelas indústrias de alimentos a fim de garantir a conformidade dos produtos alimentícios.

As BPF são aplicadas através do uso de uniformes de acordo com o setor de trabalho de cada funcionário, o não uso de adornos, controle de prevenção da contaminação por lixos/sujidades, controle de água, controle de pragas ou doenças, proteção contra a contaminação da matéria-prima e danos à saúde pública dentre outros.

3.3 Recolhimento das amostras

Todas as amostras são colhidas pelos técnicos em química ou estagiários na área que atuam na Salina Soledade, havendo sempre o cuidado para não haver a contaminação do produto. Na época da colheita, as amostras são retiradas do sal não lavado, ou seja, do sal que vem direto dos cristalizadores e do sal lavado, isso se dá para analisar a eficiência da lavagem. As amostras são coletadas sempre pela manhã e pela tarde.

Durante o processo de moagem as amostras são colhidas diretamente na produção.

3.4 Preparo de soluções

3.4.1 Solução Tampão pH= 10 (determinação do teor de magnésio)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 1000mL, béquer com capacidade 250mL, balança analítica e funil.

Pesa-se 67,5g de Cloreto de amônia e dissolve com 570 mL de Hidróxido de amônio concentrado ($d = 0,88 \text{ g/mL}$) em seguida completa o balão com água destilada ou deionizada suficiente para preparar 1 litro da solução.

3.4.2 Solução de Hidróxido de Sódio a 20%(determinação do teor de cálcio)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade para 1000 mL, balança analítica e béquer com capacidade de 250mL e 1000mL.

Pesa-se 200g de hidróxido de sódio num béquer de 250 mL e em seguida dissolve em água destilada ou deionizada, utilizando um béquer com capacidade de 1000mL. Espera-se resfriar para em então transferir para um balão com capacidade de 1000mL e completar o volume até o traço de referência com água destilada.

3.4.3 Indicador sulfato amoniaco (determinação de ferrocianeto)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 200mL, balança analítica e pipeta graduada de 10mL.

Pesa-se 14g de sulfato de ferro amoniacal e dilui em 80mL de água destilada ou deionizada juntamente com 4mL de ácido sulfúrico concentrado e completa-se para 200mL em um balão volumétrico.

3.4.4 Solução Padrão de Concentração de Ferrocianeto de 5; 7,5 e 10ppm

Aparelhagem: balança analítica, balão volumétrico com capacidade para 100 e 1000mL.

Pesa-se 1,5g de ferrocianeto de sódio e 0,52g de carbonato de sódio. Dissolve em cerca de 100mL de água destilada e/ou água deionizada, completar para 1 litro em balão volumétrico. Retira-se 10mL desta solução e dilui em um balão volumétrico de 100mL. Pesa-se 294g de cloreto de sódio e dissolve em um balão volumétrico de 1000mL; 85ml desta solução contém 25g de cloreto de sódio (sal).

Colocar 85mL da solução acima em 3 balões volumétricos com capacidade para 100mL. Nos balões 1, 2 e 3, com o auxílio de uma pipeta sorológica com capacidade para 2 ou 5mL, adicionar respectivamente a solução de ferrocianeto de sódio com os seguintes volumes: 1,250; 1,875 e 2,500ml, e adicionar 5mL da solução indicadora em cada um.

Em cada balão obtêm-se uma concentração em ppm. O padrão de concentração do ferrocianeto de sódio é de 6ppm.

Tabela 2: Padrão de ferro obtido de acordo com a quantidade de solução de ferrocianeto.

| Balão | Solução de Ferrocianeto | Padrão obtido |
|-------|-------------------------|---------------|
| 1 | 1,250 ml | 5 ppm |
| 2 | 1,875 ml | 7,5 ppm |
| 3 | 2,500 ml | 10ppm |

Fonte: Instruções de trabalho: método de análise laboratorial da salina soledade, 2007.

3.4.5 Solução de Iodeto de Potássio a 10%(determinação do teor de iodo)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 500mL e balança analítica.

Pesa-se 50g de iodeto de potássio P.A. e dissolver em água destilada ou deionizada num balão volumétrico de 500mL.

3.4.6 Solução de Amido a 1% (determinação do teor de iodo)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 1000mL, balança analítica e Becker com capacidade de 1000mL.

Pesa-se 10g de amido solúvel e dissolve em água destilada ou deionizada em um balão volumétrico com capacidade para 100mL, em seguida transfere a solução para um béquer com capacidade de 1000mL submetendo-o a fervura até tornar-se transparente.

3.4.7 Indicador Negro de Eriocromo T(titulação de magnésio)

Aparelhagem: Gral de 150mL e balança analítica.

Pesa-se 1g do indicador negro de eriocromo T e mistura com 49,5g de cloreto de sódio P.A. após tritura em um gral.

3.4.8 Indicador Ácido Calconcarboxílico (titulação do cálcio)

Aparelhagem: Gral de 150mL e balança analítica.

Pesa-se 0,5g do indicador ácido calconcarboxílico e mistura com 50g de sulfato de sódio e tritura em um gral.

3.4.9 Solução de Tiosulfato de Sódio 0,01M e 0,005M (titulação do teor de iodo)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 1000mL, pipeta volumétrica com capacidade de 50mL e balança analítica.

Pesa-se 26g de Tiosulfato de Sódio, transfere para um balão volumétrico com capacidade para 1000mL e completa o volume com água destilada ou deionizada obtendo-se 0,01N.

Transfere uma alíquota de 50mL da Solução de Tiosulfato de Sódio 0,01N para um balão com capacidade de 1000mL e completa o volume, obtendo-se 0,005N.

3.4.10 Solução de Ácido Sulfúrico 1N (determinação do teor de iodo)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 1000mL e pipeta volumétrica com capacidade de 50mL.

Em um balão volumétrico de 1000mL coloca-se uma quantidade estimada de 500mL de água destilada ou deionizada em seguida transfere lentamente com o auxílio de uma pipeta, 50mL de ácido sulfúrico concentrado, após completa o volume do balão.

3.4.11 Solução de EDTA 0,01M (Titulação do cálcio e magnésio)

Aparelhagem: vidro de relógio, funil, balança analítica e balão volumétrico com capacidade de 1000mL.

Pesa-se cerca de 4g do EDTA em um vidro de relógio, em seguida coloca para secar na estufa a 80°C durante 60 minutos, após esfriar em dessecador por igual período. Pesar com exatidão 3,7224g do EDTA, e com o auxílio do funil transfere a massa pesada para um balão de 1000mL realizando a dissolução e completando até o traço de referência.

3.4.12 Padrão de Cálcio 0,01M (Fatoração do EDTA 0,01M)

Aparelhagem: balão Volumétrico com capacidade 250mL, balança analítica, béquer e pipeta sorológica com capacidade de 10mL.

Pesa-se 0,2503g de carbonato de cálcio previamente dessecado por 30 minutos. Com o auxílio de uma pipeta sorológica de 10mL, adicionar a solução de HCl– 6N em um béquer, até a solução ficar incolor e completar o volume com água destilada ou deionizada até o traço de referência e agitar.

A molaridade da solução deve ser:

$$M = \frac{\text{massa do } CaCO_3 (g)}{g/mmol \times mL} = \frac{0,2503g}{0,1001g/mmol \times 250mL} = 0,01molar$$

3.4.13 Solução de ácido clorídrico 6N (preparo da solução padrão de cálcio)

Aparelhagem: balão volumétrico com capacidade para 200mL e pipeta volumétrica com capacidade de 25mL e 10mL.

Em um balão volumétrico com capacidade para 200mL já contendo cerca de 100mL de água destilada ou deionizada adiciona-se cuidadosamente 37,1mL de ácido clorídrico e completa com água destilada até o traço de referência e agitação.

3.4.14 Nitrato de Prata 0,4% (determinação de insolúveis)

Aparelhagem: Balão volumétrico com capacidade de 500mL e balança analítica.

Pesa-se 2g de nitrato de prata e dissolve em água destilada ou deionizada no balão volumétrico para obter 500mL da solução.

3.4.15 Solução de ácido Nítrico diluído 43% (determinação de insolúveis)

Aparelhagem: funil e balão volumétrico com capacidade de 1000mL.

Diluir lentamente 430mL de ácido nítrico concentrado em suficiente água destilada ou deionizada para obter 1 litro da solução.

3.5 Granulometria

As análises granulométricas são realizadas para todos os tipos de sal produzido na Salina Soledade, com exceção do sal grosso, pois o mesmo é retirado do fuso e não há um controle no tamanho dos seus cristais de NaCl, pois não há uma especificação necessária para este tipo de sal. Em seguida na tabela 3 veremos os tamanhos das malhas utilizadas para o peneiramento conforme o tipo de sal produzido.

Tabela 3: Controle granulométrico

| Sal peneirado | | | | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------|
| Malhas | 19,0mm | 12,5mm | 9,52mm | 4,76mm | 2,36mm | 1,70mm | Base |
| Sal moído normal, extrafino e xerém | | | | | | | |
| Malhas | 1,7mm | 1,0mm | 0,85mm | 0,60mm | 0,25mm | 0,15mm | base |

Fonte: Instruções de trabalho: método de análise laboratorial da salina soledade, 2007.

3.6 Laudos

Os laudos na salina soledade são realizados pelo técnico em química ou estagiário, o mesmo indicará a garantia do produto, demonstrando se o mesmo estar dentro dos padrões físico-químicos estabelecidos para o sal do tipo II indicado para o consumo animal.

Os mesmos devem conter o nome do cliente, número de análise, número da nota fiscal, tipo da sacaria, lote e os resultados obtidos nas análises.

3.7 Análises Físico – Químicas

3.7.1 Determinação de Resíduos Insolúveis

É realizado o quarteamento da amostra, em seguida pesa-se 20g e dilui em aproximadamente 100mL de água destilada ou deionizada. Com o auxílio de um agitador mecânico; a solução obtida é filtrada através de um papel de filtro, que antes da filtração deve passar 30 minutos na estufa e 30 minutos no dessecador para que o mesmo se mantenha seco e possamos obter o peso real do papel. Com o filtrado é realizado determinações de cálcio, magnésio, sulfato e cloreto; o papel filtro e o insolúvel são lavados com água destilada, isto se dá para que seja retirado do papel os íons Cl^- . No decorrer da lavagem se colhe uma amostra em um tubo de ensaio e se adiciona três gotas de da solução de nitrato de prata e três gotas de ácido nítrico 43% e observa se há turvação na solução. Caso não haja, confirma-se a não presença se íons Cl^- ; leva o papel filtrado para a estufa por 30 minutos e 30 minutos no dessecador, em seguida pesar o papel filtro novamente e realiza o cálculo para a porcentagem dos resíduos insolúveis como mostra a seguir:

$$\%RI = \frac{(Mi - Mp) \times 100}{Ma}$$

Onde:

RI = resíduo insolúvel

Mi = massa do papel filtro com insolúveis;

Mp = massa do papel filtro seco;

Ma = massa da amostra (20g).

3.7.2 Determinação da umidade (H₂O)

Pesa-se um vidro de relógio em balança analítica, em seguida tara a balança e pesa 10g da amostra quarteada no vidro de relógio; coloca na estufa a 120°C por 30 minutos e resfria no dessecador por tempo igual, em seguida pesa-se novamente o vidro de relógio, logo após é determinada a porcentagem de acordo com os pesos obtidos, como mostra a equação a seguir:

$$\text{Umidade \%} = \frac{Mu - Ms}{Mu} \times 100$$

Onde:

Mu = massa da amostra úmida;

Ms = massa da amostra seca;

3.7.3 Determinação de Cálcio

Transfere-se quantitativamente 10mL do filtrado obtido da análise de insolúveis, para um erlenmeyer de 250mL. Em seguida adiciona-se 25mL de água destilada ou deionizada. A solução é levada para a capela onde se adiciona 5mL da solução de hidróxido de sódio a 20% e logo após o indicador ácido calconcarboxílico o qual irá obter a coloração rósea. A titulação é feita com EDTA 0,01 M até ocorrer a viragem para a cor azul nítida. Anota-se o volume do titulante gasto. Em seguida realiza-se o seguinte cálculo:

$$\%Ca^{2+} = \frac{V3 \times M \text{ EDTA} \times f \text{ EDTA} \times me\% Ca^{2+} \times 100}{Ma \times \frac{Va}{v}}$$

Onde:

V3 = Volume (mL) de EDTA gasto na titulação da Ca²⁺

M EDTA = Molaridade de EDTA (0.01)

f EDTA = Fator da Solução de EDTA

me%Ca²⁺ = mil-equivalente grama de Cálcio (0,04008g)

Ma = Massa da amostra (20g)

Va = Volume da alíquota usada (10mL)

V = Volume total da adição (200mL)

Substituindo os valores temos:

$$\%Ca^{2+} = \frac{V3 \times 0,01 \times f \text{ EDTA} \times 0,04008 \times 100}{20 \times \frac{10}{200}}$$

Simplificando obtemos:

$$\%Ca^{2+} = V3 \times f \text{ EDTA} \times 0,04008$$

3.7.4. Determinação de Magnésio

Transfere-se quantitativamente 10mL do filtrado obtido da análise de insolúveis para um erlenmeyer de 250mL, em seguida adiciona-se 25mL de água destilada ou deionizada. Leva a solução para a capela e adiciona 10mL da solução tampão (pH 10) logo após adiciona-se o indicador negro eriocromo T, no qual irá obter a coloração rósea. A titulação é realizada com EDTA 0,01 M até ocorrer a viragem para a cor azul nítida. Anota-se o volume do titulante gasto. Em seguida realiza-se o seguinte cálculo:

$$\%Mg^{2+} = \frac{(V4 - V3) \times M \text{ EDTA} \times f \text{ EDTA} \times me \%Mg^{2+} \times 100}{Ma \times \frac{Va}{v}}$$

Onde:

V3 = Volume (mL) de EDTA gasto na titulação da Ca^{2+}

V4 = Volume (mL) total de EDTA gasto na titulação de Mg^{2+}

M EDTA = Molaridade de EDTA (0.01)

f EDTA = Fator da Solução de EDTA

me $\%Mg^{2+}$ = mil-equivalente grama de Magnésio (0,02432g).

Ma = Massa da amostra (20g)

Va = Volume da alíquota usada (10mL)

V = Volume total da adição (200mL)

Substituindo os valores temos:

$$\%Mg^{2+} = \frac{(V4 - V3) \times 0,01 \times f \text{ EDTA} \times 0,02432 \times 100}{20 \times \frac{10}{200}}$$

Simplificando obtemos:

$$\%Mg^{2+} = (V4 - V3) \times f \text{ EDTA} \times 0,02432$$

3.7.5 Determinação de Sulfato no NaCl

A determinação do sulfato dá-se através da seguinte equação:

$$\% \text{ do Cálcio} \times 2,4 + \% \text{ do Magnésio} \times 1,3 = \% \text{ do Sulfato}$$

3.7.6 Determinação de Ferrocianeto

Pesa-se 25g do NaCl, e transfere com o auxílio de um funil para um balão volumétrico de 100mL com água destilada ou deionizada, em seguida acrescentar 5mL da solução indicadora de Sulfato Ferroso Amoniacal, completa o volume até o menisco, agitar e esperar 10 minutos. Observa-se o resultado e compara visualmente a intensidade da coloração com os 03 balões de controle da curva de concentração de ferrocianeto.

3.7.7 Determinação do Iodo Metalóide

Pesa-se 10g da amostra do NaCl, seguida diluir em 200mL de água destilada ou deionizada em um Erlenmeyer de 500mL, leva a solução para a capela e adiciona 5mL da solução de ácido sulfúrico 1 N, 1mL de iodeto de potássio a 10% e 2mL da solução de amido a 1%, obtendo a coloração azul. Titula sobre agitação com o tiossulfato de sódio 0,005N até a mudança de cor da solução para incolor.

Por meio do volume do titulante gasto obtém-se a quantidade de iodo na amostra utilizando a seguinte formula:

$$V \text{ de Tiossulfato} \times 17,81 = \text{mg de iodato /kg de sal}$$

Para Iodo metaloide:

$$V \text{ de Tiossulfato} \times 10,58 = \text{mg de iodato /kg de sal}$$

3.7.8 Análise granulométrica

É retirada uma amostra do NaCl no qual é colocada na estufa por uma hora, para perda da umidade. Passado este tempo a amostra é removida da estufa e espera-se um tempo para a diminuição da temperatura, em seguida pesa-se cerca de 100g da amostra, e leva para a peneira superior de acordo com o tipo de sal a ser peneirado e aciona a mesa vibratória. Logo em seguida pesa-se o retido de cada peneira para saber o valor da retenção.

O sal grosso não possui especificações granulométricas, já o peneirado, é exigido o valor da retenção nos laudos. Os demais são realizados apenas para monitoramento dos moinhos.

3.7.9 Análises da água maré

As análises da água maré se dá para a obtenção da determinação da salinidade, pH, teor de cálcio e magnésio.

Ressaltando que estas análises são realizadas na segunda, quarta e sexta, da área velha e da área nova, tanto pela manhã quanto pela tarde, observando sempre a maré na hora em que se recolhe a amostra, podendo a mesma ser alta ou baixa.

3.7.10 Determinação da Salinidade

Utiliza-se uma proveta de 100mL e coloca a amostra da água maré. Por meio do areômetro verifica-se o valor da densidade e da temperatura expresso no mesmo.

3.7.11 Determinação do pH

Inserir uma amostra da água em um becker pequeno, ligar o pHmetro previamente calibrado e introduz o eletrodo na solução, e deixa por 10 minutos, em seguida anota-se o valor obtido.

3.7.12 Teor de Cálcio

Transfere quantitativamente 10mL da salmoura para um balão volumétrico de 100mL em seguida afere o balão com água destilada ou deionizada, retira-se 10mL da solução para um erlenmeyer de 250mL. Adiciona 50mL de água destilada ou deionizada, leva a solução para a capela e adiciona 5mL da solução de hidróxido de sódio a 20% e uma pequena quantidade do indicador ácido calconcarboxílico até a solução ficar com a coloração rósea, em seguida titula com EDTA 0,01 M até a viragem para a cor azul nítida. Anota o volume do titulante gasto. Logo após a obtenção desse resultado realiza-se o seguinte calculo:

$$Ca (g/l) = V \times 10 \times 0,04008 \times f \text{ EDTA}$$

Onde:

V = Volume gasto de EDTA na titulação do Cálcio

f EDTA = Fator de EDTA

3.7.13 Teor de Magnésio

Transfere quantitativamente 10mL da salmoura para um balão volumétrico de 100mL em seguida afere o balão com água destilada ou deionizada, retira-se 10mL da solução para um Erlenmeyer de 250mL, adiciona 50mL de água destilada ou deionizada, leva a solução para a capela e adiciona 10mL da solução tampão (pH 10) e uma pequena quantidade do indicador negro de eriocromo T até a solução obter a coloração rósea, em seguida titula com EDTA 0,01 M até a viragem para a cor azul nítida. Anota o volume do titulante gasto. Logo após a obtenção desse resultado realiza-se o seguinte calculo:

Para uma diluição:

$$VMg = (V1 \times 10) - V$$
$$VMg(g/l) = (V1 - V) \times 10 \times 0,02432$$

Para duas diluições:

$$VMg (g/l) = (V1 - V) \times 100 \times 0,02432 \times f_{EDTA}$$

Onde: V1 = Volume gasto de EDTA na titulação para o magnésio

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em seguida será demonstrado alguns dos resultados adquiridos ao longo de todo o período de estágio, os mesmos serão comparados aos padrões definidos pelo decreto nº 80.583 – sal tipo II, NBR 10.888/1989.

4.1 Características do sal marinho

O sal marinho deve seguir as especificações do decreto Nº 80.583 de 20 de outubro de 1977, onde se estabelece os padrões de identidade e qualidade para o sal destinado ao consumo animal bem como outras características. O produto deve conter iodo, ter a forma de cristais brancos, com granulações uniformes, ser inodoro e ter sabor salino-salgado próprio. Abaixo estão representados as especificações técnicas para as análises realizadas na salina soledade (tabela 4).

Tabela 4: Características físico-químicas do Sal Tipo II.

| Tipo de Análise | Especificações Técnicas |
|--|--------------------------------|
| Umidade (H ₂ O) | 3,0 máx. |
| Resíduos Insolúveis | 0,2 máx. |
| Cálcio (Ca ²⁺) | 0,140 máx. |
| Magnésio (Mg ²⁺) | 0,080 máx. |
| Sulfato (SO ₄ ²⁻) | 0,420 máx. |
| Cloreto de Sódio – NaCl (BS) | 98,99 mín. |
| Cloreto de Sódio – NaCl (BU) | --- |

Fonte: Decreto Nº 80.583, de 20/10/1977

4.2 Análise da produção

No decorrer dos seis meses de estágio, foram realizadas várias análises do produto. Os resultados que estão apresentados nas tabelas 5 e 6 referem-se as análises realizadas durante o mês de fevereiro de 2015 para os sal moído normal iodado e o sal peneirado.

Tabela 5: Média dos resultados das análises físico-químicas do sal tipo moído normal com iodo produzido em fevereiro de 2015.

| Tipo de Ensaio | Método/ Norma | Valor | Especificações Técnicas |
|-----------------------------------|----------------------|--------------|--------------------------------|
| <i>Umidade (H₂O)</i> | IT.08.2.4-LAB-002 | 2,72 | 3, 0 max. |
| <i>Resíduos Insolúveis (RI)</i> | IT.08.2.4-LAB-001 | 0,017 | 0,2 max. |
| <i>Cálcio (Ca⁺²)</i> | IT.08.2.4-LAB-003 | 0,044 | 0,140 max. |
| <i>Magnésio (Mg⁺²)</i> | IT.08.2.4-LAB-004 | 0,012 | 0,080 max. |

| | | | |
|---|-------------------|-------|------------|
| <i>Sulfato (SO_4^{2-})</i> | IT.08.2.4-LAB-005 | 0,123 | 0,420 max. |
| <i>Cloreto de Sódio – NaCl (BS)</i> | IT.08.2.4-LAB-019 | 99,78 | 98,99 min |
| <i>Cloreto de Sódio – NaCl (BU)</i> | --- | 97,06 | --- |
| <i>Iodo Metalóide</i> | IT.08.2.4-LAB-013 | 10,43 | 10,0 min |
| <i>Ferrocianeto de Sódio</i> | IT.08.2.4-LAB-007 | 5,0 | 5,0 max. |

Fonte: Certificado de Qualidade – Salina Soledade.

Tabela 6: Média dos resultados das análises físico-químicas do sal tipo peneirado produzido em fevereiro de 2015.

| Tipo de Ensaio | Método/ Norma | Valor | Especificações Técnicas |
|---|----------------------|--------------|--------------------------------|
| <i>Umidade (H_2O)</i> | IT.08.2.4-LAB-002 | 2,95 | 3, 0 max. |
| <i>Resíduos Insolúveis (RI)</i> | IT.08.2.4-LAB-001 | 0,023 | 0,2 max. |
| <i>Cálcio (Ca^{+2})</i> | IT.08.2.4-LAB-003 | 0,093 | 0,140 max. |
| <i>Magnésio (Mg^{+2})</i> | IT.08.2.4-LAB-004 | 0,022 | 0,080 max. |
| <i>Sulfato (SO_4^{2-})</i> | IT.08.2.4-LAB-005 | 0,252 | 0,420 max. |
| <i>Cloreto de Sódio – NaCl (BS)</i> | IT.08.2.4-LAB-019 | 99,57 | 98,99 min |
| <i>Cloreto de Sódio – NaCl (BU)</i> | --- | 96,14 | --- |
| <i>Granulometria</i> | | 43,5 | Min 10,00 |

Fonte: Certificado de Qualidade – Salina Soledade.

De acordo com os resultados apresentados podemos observar que os mesmos estão de acordo com todas as especificações determinadas na norma. Verifica-se que no sal do tipo peneirado não há determinações de iodo e ferrocianeto de sódio, pelo fato que os cristais do sal serem maiores, e se adicionados estes aditivos o mesmo não conseguirá realizar a absorção do produto podendo no momento de ensacados formar uma espécie de “poça” no fundo da sacaria o que pode vir a prejudicar o produto, além de sujar toda a embalagem.

Uma observação importante a ser feita é que em períodos chuvosos a umidade do produto pode ultrapassar o valor no qual seguimos de acordo com a especificação, neste caso se o cliente não tiver restrição de umidade o produto pode ser fornecido normalmente.

4.3 Análise da Salmoura

O monitoramento da salmoura é realizado apenas três vezes na semana, sendo nas segundas, quartas e sextas. A tabela a seguir apresenta alguns resultados obtidos no mês de fevereiro de acordo com a Área velha e Área Nova.

Tabela 7: Resultados das análises físico-químicas da água da maré/fevereiro, 2015

| Água maré | Salinidade | Temp. (°C) | pH | Cálcio | Magnésio |
|-------------------------|------------|------------|------|--------|----------|
| Baixa-A.V. (manhã) . | 44,0 | 29,0 | 7,59 | 6,397 | 16,043 |
| Alta-A.V. (manhã) . | 44,0 | 26,0 | 7,64 | 5,970 | 16,561 |
| Baixa-A.V. (tarde) . | 42,0 | 27,0 | 7,39 | 5,970 | 17,078 |
| Alta-A.V (tarde). | 38,0 | 30,0 | 7,36 | 6,520 | 15,825 |
| Baixa-A.N (manhã) . | 42,0 | 27,0 | 7,4 | 6,823 | 15,526 |
| Alta-A.N (manhã). | 42,0 | 27,0 | 7,54 | 7,229 | 15,740 |
| Baixa-A.N (tarde) . | 40,0 | 25,0 | 7,39 | 5,651 | 15,561 |
| Alta-A.N (tarde). | 44,0 | 28,0 | 7,55 | 5,651 | 18,199 |

Fonte: Controle de Qualidade – Salina Soledade.

Os resultados das análises da salmoura servem somente para controle do IDEMA, neste caso não há uma norma que determine a especificidade de parâmetros, porém é possível observar que não existem grandes desvios nos valores de salinidade, temperatura, pH, cálcio e magnésio para ambas as salmouras na área velha e nova.

4.4 Análise da Colheita

No período da colheita são realizadas análises do sal lavado e não lavado, isso permite verificar a eficiência de lavagem. As análises representativas ocorrem com amostras que são recolhidas a cada uma hora e colocadas dentro de um balde limpo e distinto (sal lavado / sal não lavado), durante todo o período diário da colheita. No dia seguinte é realizada a análise a partir de todo o material coletado, permitindo assim uma média da colheita do dia.

Na tabela 8, podemos observar alguns resultados de temperatura, densidade cálcio e magnésio da safra 14/15 realizadas na salmoura de lavagem. Observa-se que os valores de cálcio e magnésio estão todos dentro dos padrões exigidos, apenas no dia 12 de fevereiro houve um pequeno aumento na densidade, mas o que não chegou a interferir nos resultados.

Tabela 8: Resultados das análises físico-químicas da salmoura de lavagem.

| Salmoura de Lavagem – Safra14/15 | | | | | |
|----------------------------------|-------|-------------------|------------------|---------------|---------------|
| Data | Hora | Temperatura °C | Densidade °Bé | Ca (%) g/l | Mg (%) g/l |
| 19/dez | 08:00 | 27,0 | 21,3 | 1,62 | 8,61 |
| 08/jan | 08:33 | 28,0 | 21,3 | 1,67 | 7,38 |
| 15/jan | 14:00 | 26,0 | 19,9 | 2,15 | 6,89 |
| 05/fev | 14:47 | 31,0 | 22,7 | 2,13 | 10,58 |
| 12/fev | 08:30 | 28,0 | 23,7 | 1,28 | 9,84 |
| 05/mar | 15:40 | 30,0 | 22,7 | 1,62 | 8,83 |
| 09/mar | 08:38 | 28,0 | 20,7 | 1,62 | 9,32 |

Fonte: Controle de Qualidade – Salina Soledade.

Os resultados mostrados a seguir nas tabelas 9 e 10 demonstram a comparação do sal não lavado e do sal lavado, para verificação da eficiência de lavagem do mesmo.

Tabela 9: Resultados das análises físico-químicas do Sal não lavado referente a safra 14/15

| Sal não lavado – Safra 14/15 | | | | |
|------------------------------|---------------|--------|-------|---------------------|
| Período | Cristalizador | Ca (%) | Mg(%) | SO ₄ (%) |
| Manhã | 01-AV | 0,145 | 0,298 | 0,735 |
| Tarde | | 0,213 | 0,267 | 0,858 |
| Representativa | | 0,111 | 0,277 | 0,626 |
| Manhã | 02 AV | 0,146 | 0,261 | 0,690 |
| Tarde | | 0,223 | 0,401 | 1,057 |
| Representativa | | 0,188 | 0,398 | 0,968 |
| Manhã | 05 – AN | 0,209 | 0,327 | 0,926 |
| Tarde | | 0,165 | 0,198 | 0,654 |
| Representativa | | 0,152 | 0,140 | 0,547 |
| Manhã | 06 – AN | 0,225 | 0,346 | 0,990 |
| Tarde | | 0,285 | 0,039 | 0,734 |
| Representativa | | 0,200 | 0,330 | 0,909 |

Fonte: Controle de Qualidade – Salina Soledade.

Realizando uma comparação destes períodos, após o processo de lavagem tem-se sempre a diminuição dos índices de cálcio, magnésio e sulfato, o que indica que o processo de lavagem está ocorrendo de maneira eficiente.

Os valores de insolúvel não são realizados no sal não lavado, tendo em vista que o mesmo possui um valor extremamente elevado de compostos insolúveis.

Tabela 10: Resultados das análises físico-químicas do Sal lavado referente a safra 14/15

| Sal lavado – Safra 14/15 | | | | | |
|--------------------------|---------------|---------------|--------|-------|---------------------|
| Período | Cristalizador | Insolúvel (%) | Ca (%) | Mg(%) | SO ₄ (%) |
| Manhã | 01 – AV | 0,010 | 0,068 | 0,085 | 0,275 |
| Tarde | | 0,025 | 0,094 | 0,049 | 0,289 |
| Representativa | | 0,020 | 0,085 | 0,075 | 0,302 |
| Manhã | 02 – AV | 0,032 | 0,085 | 0,084 | 0,313 |
| Tarde | | 0,054 | 0,077 | 0,076 | 0,284 |
| Representativa | | 0,008 | 0,093 | 0,069 | 0,313 |
| Manhã | 05 – AN | 0,025 | 0,085 | 0,095 | 0,328 |
| Tarde | | 0,084 | 0,068 | 0,065 | 0,247 |
| Representativa | | 0,083 | 0,100 | 0,106 | 0,377 |
| Manhã | 06 – AN | 0,043 | 0,068 | 0,067 | 0,251 |
| Tarde | | 0,041 | 0,094 | 0,008 | 0,235 |
| Representativa | | 0,014 | 0,089 | 0,090 | 0,332 |

Fonte: Controle de Qualidade – Salina Soledade.

5. CONCLUSÃO

O estágio realizado na Salina Soledade possibilitou o aperfeiçoamento dos conhecimentos adquiridos durante todo o curso técnico em química realizado no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte Campus Macau.

O primeiro contato com a área de trabalho foi de suma importância, pois o mesmo possibilitou a abertura de novos conhecimentos na área de atuação, fazendo com que possamos ter a experiência cotidiana de um técnico no laboratório, assumindo as responsabilidades desde o recolhimento de amostras, análise do produto, monitoramento da produção, preparo de soluções, preenchimento de planilhas de controle e realização de laudos.

Os resultados observados permitem concluir que a salina soledade trabalha dentro dos mais rigorosos padrões de qualidade e que todos os seus produtos comercializados estão dentro das especificações necessárias.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL, Decreto nº80.583, de 20 de outubro de 1977. Estabelece padrões de identidade para o sal destinado ao consumo animal e dá outras providências. Diário oficial da união, Brasília, s. 1, p. 14193, out 21 out., 2 sem., 1977. Legislação federal.

COSTA, D. F. S.; SILVA, A. A.; MEDEIROS, D. H. M.; FILHO, M. A. L.; ROCHA, R. M.; LILEBO, A. I.; SOARES, A. M. V. M. Breve revisão sobre a evolução histórica da atividade salineira no estado do Rio Grande do Norte (Brasil). **Sociedade e natureza**. v. 25, n. 1. 2013, p. 21-34. Disponível em: <<http://www.scielo.br/scielo>>. Acesso em: 10 março 2015.

FELTRE, R. **Química geral**. 6. ed. São Paulo: Moderna, 2004.

LEE, J.D. **Química inorgânica não concisa**. 5 ed. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2000.

LOPES, F. N. F **Instruções de trabalho**: método de análise laboratorial da salina soledade. Macau, 2008.

_____ **Instruções de trabalho**: método de análise laboratorial da salina soledade. Macau, 2007.

MAIA, M. T. A. **Circuito espacial de produção de sal**: o uso do território do município de Macau/RN pelas indústrias salineiras. 2011. Dissertação (Mestrado em Geografia) – Departamento de Geografia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011. Disponível em: <<http://repositorio.ufrn.br:8080/jspui/handle/123456789/18931>>. Acesso em: 23 março 2015.

REIS, M. M. F. **Química**: meio ambiente, cidadania e tecnologia. 1 ed., v. 1, São Paulo: ftd, 2010.

SILVA, S. L. P. **Uma análise da indústria salineira do rio grande do norte baseada no modelo de estratégia competitiva de poter**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Programa de Pós-graduação em Engenharia de Produção, Universidade Federal

de Santa Catarina, Florianópolis, 2001. Disponível em:
<<https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/80089>>. Acesso em: 20 fevereiro 2015.

TCHÊQUÌMICA. **Métodos de obtenção do cloreto de sódio.** Disponível em: <
<http://www.deboni.he.com.br/tq/sal/obtencao.htm>> Acesso em: 22/04/2015.