

## 07 - Uso do LIBS na análise de Sais de Cozinha de diferentes procedências.

<http://gmga.com.br/uso-do-libs-na-analise-de-sais-de-cozinha-de-diferentes-procedencias/>



[10.31419/ISSN.2594-942X.v42017i3a7DMP](https://doi.org/10.31419/ISSN.2594-942X.v42017i3a7DMP)

**Darilena Monteiro Porfírio**

**Rita de Kássia da Silva Nascimento**

**Marcondes Lima da Costa**

A Halita (NaCl) e a Silvita (KCl) são minerais evaporíticos formados em ambientes de sedimentação de baixo aporte terrígeno, submetido a clima seco, onde as taxas de evaporação das águas excede a razão de precipitação ou outra entrada de água.

O potencial econômico desses minerais é enorme, considerando a halita um dos minerais evaporíticos de maior importância ao ser humano (Silva et al., 2000).

A composição do sal de cozinha é basicamente NaCl e, dependendo do processo de fabricação, também pode conter impurezas como  $MgSO_4$  ou  $CaSO_4$ , ver figura 1 que mostra um cristal de Halita exposto no Hall de minerais e meteoritos do Museu de História Natural de Viena-Áustria com hábito cristalino, cúbico característico.

A importância do sal se deve à capacidade de realçar o sabor dos alimentos, além de poder ser empregado como conservante, mantendo os alimentos próprios para o consumo por um maior período.

Comercialmente, estão disponíveis quatro tipos de sal: sal de cozinha, sal marinho, sal light e sal de rocha, também chamado sal gema. Os três primeiros têm emprego alimentício e o último destina-se a uso industrial na obtenção de soda cáustica e carbonato de sódio.



Figura 1: Halita

cúbica e cristalina em exposição no Museu de História Natural de Viena.

Devido a essa importância legal e o impacto a saúde dos consumidores, há interesse no controle de qualidade de produtos comercializados para a determinação de iodo em sal de cozinha e vários métodos analíticos podem ser empregados para esse fim. Nesse trabalho descreve-se a avaliação qualitativa da composição química de elementos maiores (%) e menores (mg/g) em amostras de sais de diferentes procedências.

O sal marinho e o sal light estão disponíveis no mercado local, produzido pela empresa NORSAL – Areia Branca-RN; o sal do himalaia foi obtido de importadora nacional situada em Olinda-PE e a Halita cristalina é proveniente do mercado austríaco, tendo sua origem declarada como "branco do Himalaia" ou apenas "halita branca". E de acordo com o fabricante dentro do domo de sal, os cristais claros aparecem aqui e ali dentro de camadas de sal rosa ou avermelhada, e são separados manualmente e deixados em cristais grandes ou podem ser granulado em sal fino moído. Dessa maneira pode-se testar a capacidade da técnica de espectrometria de emissão óptica por plasma induzido por Laser (LIBS) na identificação das espécies elementares nesse tipo de matriz sólida.

A técnica é considerada em evidência e possui características únicas: é rápida, multielementar, adequada

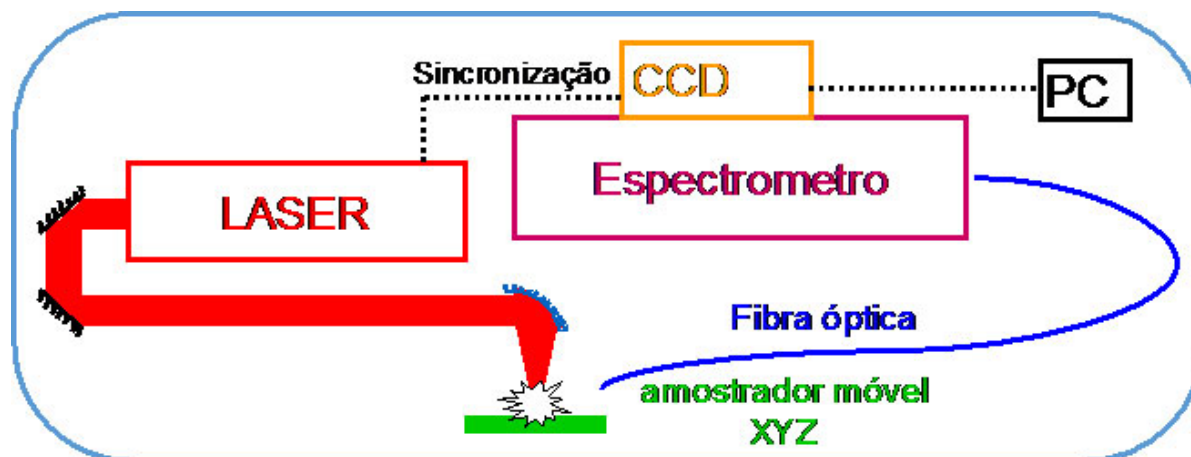
a amostras em diversos estados de agregação (sólidos, líquidos e gases), com alta resolução espacial (mm) e potencial para realização de determinações *in-situ* e em arranjo remoto. Com base em sua versatilidade e capacidade observa-se um rápido crescimento na sua utilização em diversos campos de aplicação, como pesquisas geológicas, arqueológicas, biomédicas, na agricultura, na indústria de alimentos e até mesmo na exploração do espaço (YU, 2016).

No Brasil, atualmente o LAMIGA-ICP-MS-LIBS do PPGG-UPA é o quinto grupo de pesquisa que conta com essa tecnologia (ver figura 2), sendo os precursores com protótipos experimentais, os Professores Francisco Krug do CENA-ESALQ em Piracicaba-SP, Professor Célio Pasquini da UNICAMP em Campinas-SP, e mais recentemente com equipamentos comerciais os Professores Joaquim Nóbrega e Edénir Rodrigues na UFSC em São Carlos-SP a Professora Cassiana Nomura no IQ-USP em São Paulo-SP.



Figura 2: Disposição dos Equipamentos no LAMIGA ICP-MS-LIBS.

Na figura 3, tem-se o esquema do equipamento de LIBS do LAMIGA-UFPA, constituído por um Laser, um conjunto óptico, um detector em computador para controle, aquisição e processamento dos espectros.



**Sistema LIBS:** J200 Applied Spectra.

**Laser:** 6ns, 100 mJ a 1064nm e 4mJ a 213nm (Quantel).

**Focalização:**

**Coletor de emissão:** fibra óptica.

**Espectrometro:** de alta resolução Czerny-Turner (Aurora).

- 1200 g/mm no VIS e NIR
- 2400 g/mm no UV
- Resolução XY 0,25micron e Z 0,1micron

**Detector:** camera 16 bits, 1280 x 1024 CMOS

**Tempo de integração**  $w_{\min} = 0,1-10$  ns.

Figura 3: Esquema e características da Instrumentação LIBS.

Na figura 4 está descrito resumidamente o processo de focalização do pulso do laser na amostra, as dissociações molecular e atômica devido a ruptura das ligações provocadas pela transferência de energia, a ignição do plasma por emissão termo-iônica (UV) e ionização multifotônica (IV). O plasma sofre então um aquecimento promovido pela absorção de energia do Laser e se expande de forma adiabática. O plasma formado é chamado quasi-neutro devido a anulação da carga eletrônica total em função de uma distribuição local de cargas que impede interferências externas e cria uma nuvem chamada pluma (SANTOS JR., 2006).

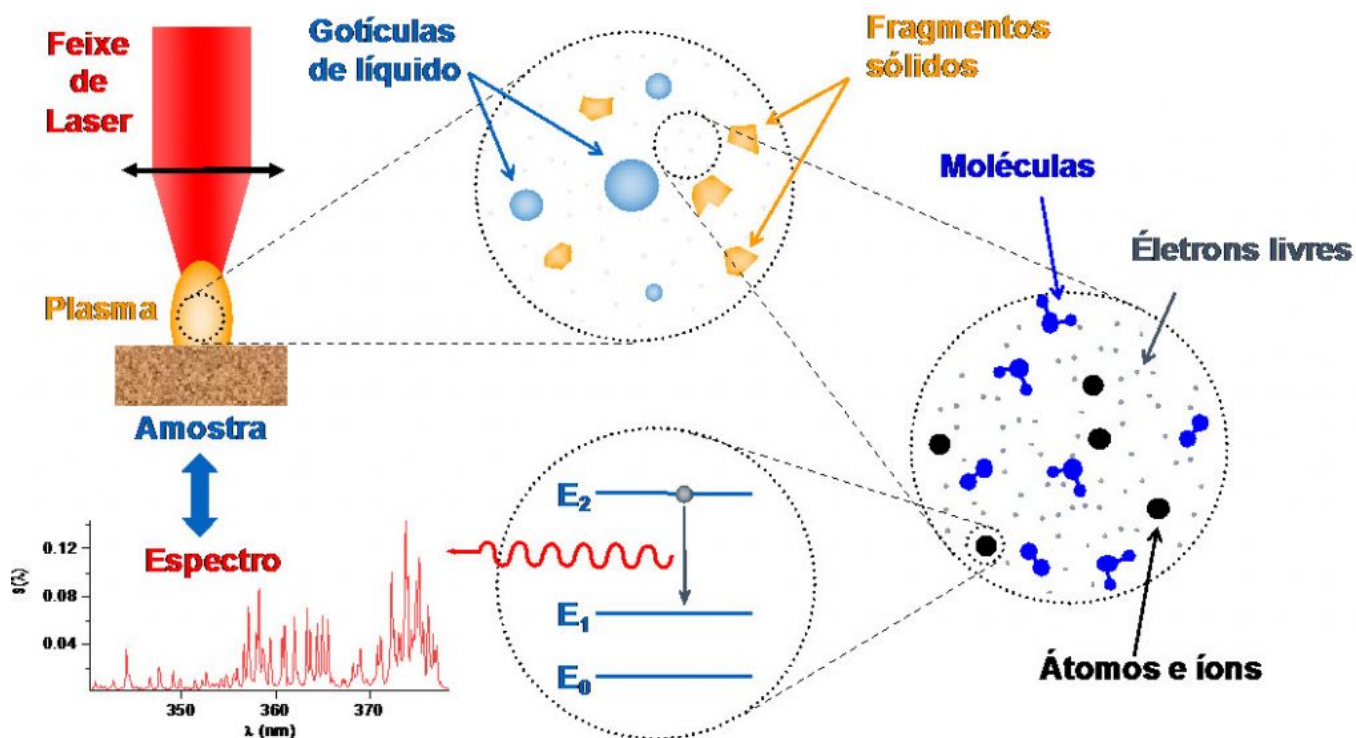


Figura 4: Princípio da espectroscopia por plasma induzido por Laser - LIBS

Uma vez feita a otimização dos parâmetros do LIBS para análise quantitativa foram obtidas as varreduras espectrais entre 250 – 600 nm das amostras de sal de cozinha.

Na figura 5, tem-se os 4 espectros qualitativos obtidos para amostras de comercializadas na Áustria (Halita) e no Brasil (Sal do Himalaia, Sal marinho e Sal Light) com a indicação dos picos mais intensos dos elementos identificados por comparação com a biblioteca de linhas analíticas NIST.

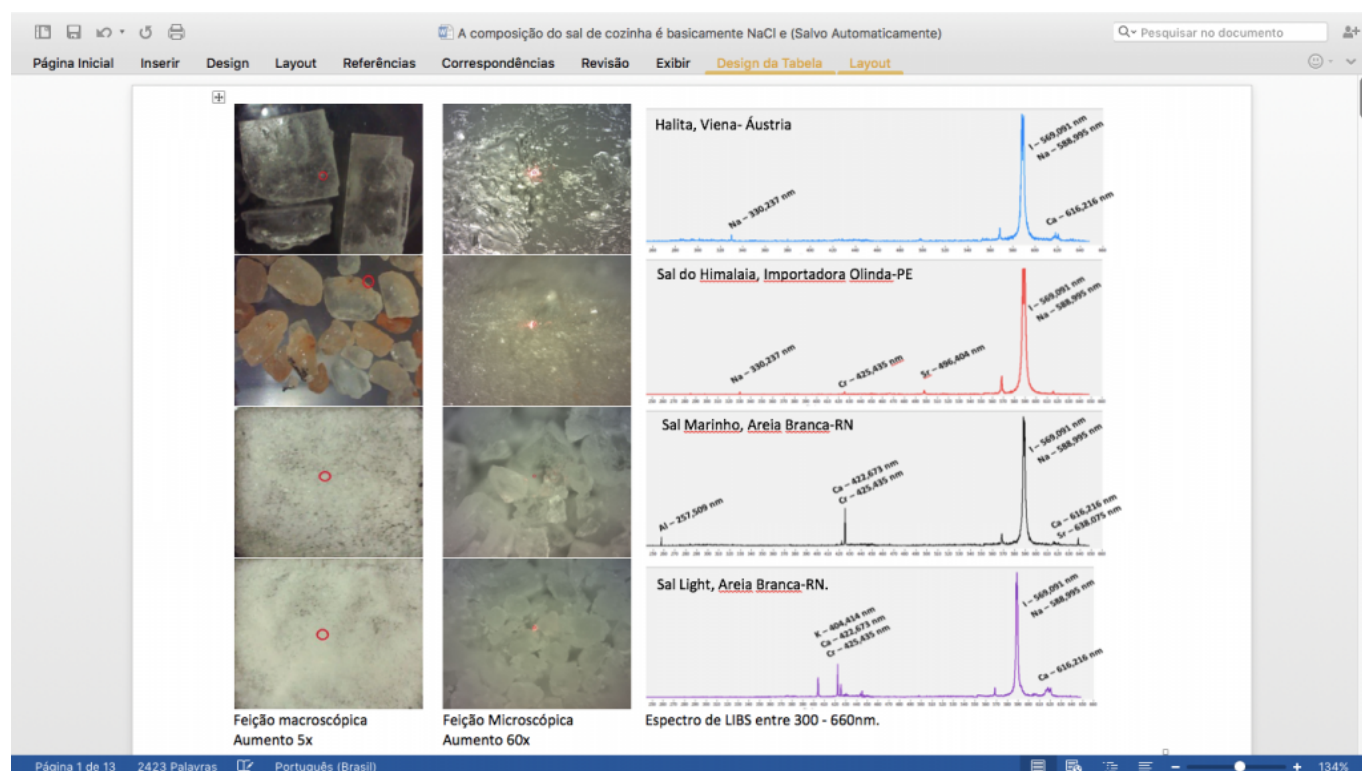


Figura 5: Amostras de sais de cozinha de diferentes procedências e seus espectros correspondentes por LIBS.

Os elementos constituintes maiores e as respectivas linhas analíticas frequentemente identificadas nas amostras de sal de cozinha comercial foram: K 404; I 575, 524 e 445; Ca 616, 518 e 422; Sr 638,496 e 460; Na 330 e 585 e Fe 393 nm.

Ainda há que se investigar parâmetros de quantificação e seletividade analítica da técnica de LIBS, para confirmar a presença dos elementos contaminantes e não usuais a composição das amostras de sal de cozinha que foram identificados: Cr 541, 521 e 425, e Al 257 nm que também já foram relatados por DA COL, 2013 e caso se confirmem em doses relevantes podem se tratar de risco a saúde humana.

#### Referências:

Silva, M.A.M.; Schreiber, B.C.; Santos, C.L. Evaporitos como recursos minerais. *Brazilian J Geophys.* 2001;18(3):337-350.

Silva, S.L.P. Uma análise da indústria salinera do Rio Grande do Norte baseada no modelo de estratégia competitiva de Porter. 2001.

Da Col, J.A. Avaliação rápida, direta e sem geração de resíduos de amostras da vida cotidiana por fluorescência de raios X por dispersão em energia. *UNICAMP.* 2013.

Yu, K.Q.; Zhao, Y.R.; Liu, F.; He, Y. Laser-Induced Breakdown Spectroscopy Coupled with Multivariate

Chemometrics for Variety Discrimination of Soil. *Sci Rep.* 2016; 6(1):275-74.

Santos Jr., D.; Tarelho, L.V.G.; Krug, F.J.; Milor, D.M.B.P.; Martin Neto L. V.J.N.D. LIBS Fundamentos Aplicações e Perspectivas.pdf. *Analytica.* 2006; ago-set:72-81.



[10.31419/ISSN.2594-942X.v42017i3a7DMP](https://doi.org/10.31419/ISSN.2594-942X.v42017i3a7DMP)

---

PDF generated by Kalin's PDF Creation Station