

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE AMOSTRAS COMERCIAIS DE SAL DE COZINHA

Airton Vicente Pereira*

Andriele Costa Belinski**

Natalicio Valus***

Flávio Luis Beltrame****

RESUMO: Iodo é um micronutriente essencial na produção dos hormônios da tireóide, tiroxina e triiodotironina. O consumo regular de iodo é uma estratégia comum para evitar problemas de deficiência de iodo. O sal de cozinha é consumido regularmente, tomando-se o veículo ideal para o consumo de iodo. Na década de 70 o Brasil adotou a iodização do sal como estratégia para reduzir a prevalência do bócio endêmico e eliminar o cretinismo. Este trabalho descreve a avaliação da qualidade de seis amostras comerciais de sal de cozinha. O método de Mohr, a análise complexométrica com EDTA e a iodometria foram utilizados na determinação da pureza do NaCl, do teor de iodo e do limite de cálcio (como impureza), respectivamente. Além disso, um método semiquantitativo, empregando uma tira de papel de filtro impregnada de goma amidoidetada, foi proposto para a detecção de iodo no sal de cozinha. Os resultados mostraram quatro amostras com teor de iodo acima do permitido (20 – 60 mg/kg). Nenhuma das amostras apresentou a pureza exigida (acima de 99%). O método semiquantitativo permitiu a rápida detecção da presença de iodo nas amostras de sal de cozinha.

PALAVRAS-CHAVE: Controle de Qualidade; Iodo; Sal de Cozinha.

QUALITY EVALUATION OF COMERCIAL SALT SAMPLES

ABSTRACT: Iodine is an essential micronutrient in the production of thyroid hormones, thyroxine and triiodothyronine. The regular consumption of iodine is a common strategy to avoid iodine deficiency problems. The commercial salt is consumed regularly, making it the ideal vehicle for the iodine consumption. In the 70s, Brazil adopted the salt iodations as a strategy to reduce the prevalence of endemic goiter and cretinism removal. This research describes the quality evaluation of six commercial samples of salt. The Mohr's method, the metric complex with EDTA iodine metric analysis were used to determine the purity of NaCl, the content of iodine and the limit of calcium (as an impurity), respectively. In addition, a semi quantitative method, using a strip of filter paper impregnated with iodized starch gum, was proposed for the detection of iodine in salt. The results showed four samples containing iodine above the allowed quantity (20 - 60 mg/kg). None of the samples showed the required purity (over 99%). The semi quantitative method allowed the quick detection of the iodine presence in salt samples.

KEYWORDS: Quality Control; Iodine; Commercialized Salt.

INTRODUÇÃO

A glândula tireóide desempenha importante atividade homeostática no organismo. Exerce função reguladora sobre os sistemas cardiovascular, respiratório, nervoso central, metabolismo, entre outros, através da produção e secreção de dois hormônios: T3 (triiodotironina) e T4 (tiroxina). A secreção destes hormônios é regulada pela hipófise através da liberação de TSH (tireotropina), que é submetido

a controle do TRH (hormônio liberador da tireotropina) proveniente do hipotálamo (MACEDO, 2002).

O iodo ingerido na dieta interfere diretamente na síntese dos hormônios tireoidianos. Após a absorção, o iodo é captado pela tireóide, oxidado e, sob ação enzimática, ligado à tireoglobulina para formação de T3 e T4 (GUYTON; HALL, 2002).

Uma vez circulantes no sangue, os hormônios agem em receptores específicos nos tecidos, ativando a transcrição nuclear de grande número de

* Docente das disciplinas de Química Farmacêutica e Síntese de Fármacos do Departamento de Ciências Farmacêuticas da Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG. E-mail: airtonvp@uepg.br

** Acadêmico de Iniciação Científica do Curso de Farmácia da Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG. E-mail: andri_belinski@yahoo.com.br

*** Acadêmico de Iniciação Científica do Curso de Farmácia da Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG. E-mail: natvalus@yahoo.com.br

**** Docente da disciplina de Tecnologia Farmacêutica do Departamento de Ciências Farmacêuticas da Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG. E-mail: flaviobeltra@uepg.br

genes, o que interfere nos processos de crescimento e desenvolvimento, metabolismo de carboidratos e lipídeos, ações sobre o sistema nervoso central e os sistemas cardiovascular, respiratório, digestivo, endócrino e hematopoiético (SILVERTHORN; GARRISON; OBER, 2003).

A carência de iodo no organismo afeta a secreção dos hormônios, e, em consequência, surgem alterações metabólicas. O excesso de iodo, por outro lado, pode ter como consequência o aumento de casos de tireoidite de Hashimoto e hipotireoidismo (NIMERA; SILVA; OLIVEIRA, 2002).

O Fundo das Nações Unidas para a Infância - UNICEF recomenda que crianças na faixa etária de zero a sete anos consumam 0,09 mg de iodo; entre sete e doze anos, o equivalente a 0,12 mg, e maiores de doze anos, um total de 0,15 mg por dia. Em gestantes ou lactantes, essa necessidade aumenta para 0,2 mg por dia (INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial). Com a intenção de erradicar as doenças causadas por deficiência de iodo no organismo, foi instituída a obrigatoriedade da adição de iodo no sal destinado ao consumo humano.

O sal de cozinha é uma mistura de alguns sais: NaCl (cloreto de sódio - o constituinte principal, acima de 99%), KIO_3 (iodato de potássio - responsável pela presença de iodo no sal), ferrocianeto de sódio e alumínio silicato de sódio (antiumectantes - responsáveis pela diminuição da umidade do produto).

Os sais refinados, após a extração, passam por uma lavagem, são moídos, centrifugados e secados em altas temperaturas. Em seguida, as impurezas são extraídas por peneiração e são adicionados compostos antiumectantes e iodato de potássio, exigidos pela legislação brasileira. O sal grosso sofre um processo de recristalização mais lento, o que explica a formação de cristais maiores (MEDEIROS, 2004).

A Lei 1944 de 14/08/1953 foi a primeira a se referir à adição de iodo ao sal; em seguida, foi criada a Lei 6150 de 03/12/1974, que obrigava o beneficiador do sal a adicionar no mínimo 10 mg de iodo metálico por quilo de sal (ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária). Atualmente, a regulamentação (Resolução RDC n.º 130, de 26 de maio de 2003) estabelece que o sal apropriado ao consumo deve conter de 20 a 60 mg de iodo por quilograma do produto.

Considerando-se o impacto do consumo do sal sobre a saúde pública, é extremamente importante monitorar periodicamente a qualidade do sal de cozinha disponível para a população. Este trabalho descreve a avaliação da qualidade de seis amostras comerciais de sal de cozinha adquiridas em supermercados de Ponta Grossa - PR. Um teste semi-quantitativo utilizando uma fita de papel de filtro impregnado de amido-iodeto foi desenvolvido e aplicado para a determinação da presença do iodo nas amostras analisadas.

2 DESENVOLVIMENTO

Foram avaliadas cinco marcas comerciais de sal refinado de cozinha e uma marca de sal grosso, selecionadas aleatoriamente

em supermercados localizados na cidade de Ponta Grossa - PR. Todos os testes analíticos foram realizados em quintuplicata.

2.1 SOLUÇÕES

2.1.1 Preparo e padronização de soluções

A solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) 0,1 mol L⁻¹ foi preparada dissolvendo-se 24,818g do sal com água deionizada em balão volumétrico de 1000mL. A padronização foi realizada utilizando-se iodato de potássio (MENDHAM et al, 2002). A seguir, procedeu-se à diluição para se obter a solução de tiosulfato de sódio 0,01 mol L⁻¹.

A solução de nitrato de prata ($AgNO_3$) 0,1 mol L⁻¹ foi preparada dissolvendo-se 16,987g do sal em água deionizada em balão volumétrico de 1000mL. A padronização foi realizada utilizando-se cloreto de sódio (MENDHAM et al, 2002).

A solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1 mol L⁻¹ foi preparada diluindo-se 28mL do ácido concentrado em 500mL de água deionizada (MENDHAM et al, 2002).

A solução-estoque de iodato de potássio (KIO_3) 0,1 mol L⁻¹ foi preparada dissolvendo-se 2,14g do sal com água deionizada em balão volumétrico de 100 mL. A partir desta foram obtidas as soluções diluídas: 5×10^{-2} , 5×10^{-3} , 5×10^{-4} , 5×10^{-5} e 5×10^{-6} mol L⁻¹.

A suspensão de amido a 1% (m/v), utilizada como indicador, foi preparada dissolvendo-se 1 (um) grama de amido solúvel em 100mL de água deionizada sob aquecimento, conforme descrito na Farmacopéia Brasileira (FARMACOPÉIA..., 1977).

A solução indicadora de cromato de potássio K_2CrO_4 5% (m/v) foi preparada dissolvendo-se 5 gramas do sal em 100mL de água deionizada.

A suspensão de amido iodetado foi preparada adicionando-se uma solução de 0,75 g de iodeto de potássio em 5 mL de água a 100mL água fervente. A seguir, foram acrescentados dois gramas de cloreto de zinco dissolvidos em 10mL de água e, com a solução ainda em fervura, sob agitação, juntou-se uma suspensão de cinco gramas de amido de batata em 30mL de água fria e o material foi deixado sob fervura por mais dois minutos.

2.2 DETERMINAÇÃO DE MASSA

As amostras de cozinha foram pesadas em balança analítica Marte® modelo AS2000C devidamente calibrada. A massa obtida foi comparada com aquela especificada no rótulo – 1 (um) quilograma (kg).

2.3 PUREZA

Determinou-se o teor de cloreto com a finalidade de avaliar o grau de pureza do sal. O teor de cloreto (Cl) nas amostras foi determinado por argentimetria (titulação de Mohr).

Foram dissolvidos 29,22g da amostra em água deionizada em balão volumétrico de 500mL para se obter uma solução com concentração teórica de 1 mol L^{-1} de NaCl. A seguir, solução foi diluída para $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ com água deionizada. Desta última, 25,00mL foram retirados volumetricamente e transferidos para um *erlenmeyer*, seguindo-se a adição de 1 mL do indicador cromato de potássio e titulados com nitrato de prata $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, até o ponto final.

2.4 DETERMINAÇÃO DE IODO

O conteúdo da embalagem de cada amostra foi transferido para um gral de porcelana e, com auxílio de um pistilo, efetuou-se a homogeneização para assegurar a uniformidade na distribuição do iodato de potássio na massa a ser utilizada na determinação quantitativa.

Foram pesados 75 gramas de cada amostra de sal previamente homogeneizada que foram dissolvidas em 300 mL de água destilada (em béquer de 1000mL). Adicionou-se 1 (um) grama de iodeto de potássio, 3mL de ácido sulfúrico $1 \text{ (um) mol L}^{-1}$ e a solução foi titulada com tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, utilizando-se 1 (um) mL de amido 1% como indicador (adicionado próximo ao ponto final da titulação).

2.5 DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO

O teor de cálcio nas amostras foi determinado por complexometria. Para a análise foram utilizados 100g de cada amostra de sal dissolvidos em 150mL de água destilada e 10mL de ácido clorídrico 1 mol L^{-1} (em béquer de 1000mL). A seguir, foram adicionados 400mL de água destilada e titulou-se o material com EDTA $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até a metade do valor teórico esperado; adicionaram 25 mL de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} e 300mg de azul de hidroxinaftol e seguiu-se a titulação com EDTA $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ até a viragem do indicador (MENDHAM et al, 2002).

2.6 TESTE SEMI-QUANTITATIVO

Um ensaio semiquantitativo foi realizado para detecção do iodo contido nas amostras. Uma fita de papel de filtro foi impregnada da solução indicadora de amido iodetado e secada utilizando-se um secador de cabelo. Aliquotas de 1 (um) mL das soluções de referência de iodato de potássio (KIO_3) nas concentrações de 5×10^{-2} , 5×10^{-3} , 5×10^{-4} , 5×10^{-5} e $5 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ foram transferidas para tubos de ensaio e acidificadas com 0,2 mL de solução de ácido sulfúrico 1 mol L^{-1} . Com o auxílio de capilares de vidro, efetuou-se a aplicação de 50 μL de cada solução nas tiras de papel.

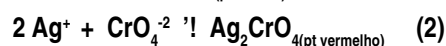
Foram preparadas soluções saturadas de amostras de sal de cozinha para obter concentrações teóricas de $5 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ de iodo. Estas amostras foram acidificadas da mesma maneira e aplicadas

na tira de papel impregnada de amido iodetado para comparação da intensidade de cor do complexo amido-iodo.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente, realizou-se a determinação da massa de cada embalagem (valor rotulado de 1 Kg). Os resultados, apresentados na Tabela 1, mostram pequenas diferenças quanto à massa de sal especificada na embalagem e ao conteúdo determinado, sendo a maioria com uma quantidade ligeiramente maior.

O sal de cozinha é constituído, essencialmente, de NaCl, e o doseamento de cloreto permite avaliar o grau de pureza do sal. No método de Mohr, o cloreto (amostra de NaCl) é titulado com os íons prata (Ag^+), em presença do indicador cromato de potássio (K_2CrO_4). O AgCl precipita antes do Ag_2CrO_4 , sendo o primeiro de cor branca e o último vermelho-tijolo, segundo as equações (1) e (2):



O ponto final é indicado pelo primeiro aparecimento da cor vermelha do cromato de prata, devido ao consumo de todo o cloreto da amostra pelos íons prata (solução titulante) (OHLWEILER, 1976).

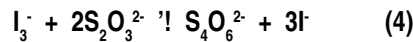
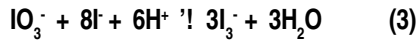
O teor mínimo de cloreto de sódio recomendado para sal refinado é de 99%. Conforme os dados apresentados na Tabela 1, as amostras de sal refinado apresentaram aproximadamente 98% de cloreto de sódio e o menor percentual foi obtido com a amostra de sal grosso. Desta forma, todas as amostras analisadas estão fora dos limites especificados pelo INMETRO.

Tabela 1. Resultados das análises quantitativas das amostras de sal de cozinha

MARCAS	Massa sal (g)	Teor de iodo ¹ (mg/kg) $\pm s$	Cloreto de sódio ² (%) $\pm s$	Teor de cálcio ³ (%) $\pm s$
Marca A	998,69 \pm 3,62	79,4 \pm 0,1	98,1 \pm 0,2	0,024 \pm 0,001
Marca B	1007,37 \pm 4,34	49,2 \pm 0,2	98,7 \pm 0,2	0,054 \pm 0,002
Marca C	1040,40 \pm 5,30	51,3 \pm 0,1	98,2 \pm 0,2	Nd
Marca D	1014,90 \pm 6,25	83,4 \pm 0,3	98,5 \pm 0,3	0,046 \pm 0,004
Marca E	1021,39 \pm 2,50	61,9 \pm 0,2	98,4 \pm 0,2	0,010 \pm 0,001
Marca F	1011,68 \pm 3,85	82,8 \pm 0,1	97,6 \pm 0,1	0,054 \pm 0,003

s (desvio-padrão), nd (não detectado), ¹sal grosso, ¹Iodometria, ²Argentimetria, ³Complexometria

O teor de iodo foi determinado aplicando-se a titulação iodométrica. O método fundamenta-se na geração de iodo, ou mais corretamente, íons triiodeto (I_3^-) a partir do iodato e do iodeto de potássio em meio ácido. Na etapa seguinte, os íons triiodeto reagem com o tiosulfato de sódio utilizado como solução titulante (CROUCH et al., 2000), conforme as equações (3) e (4):



O indicador (amido), adicionado próximo ao ponto final da titulação, forma um complexo de cor azul com os íons triiodeto. Assim, o ponto final é indicado quando a cor da solução-amostra passa de azul a transparente, ou seja, todos os íons triiodeto foram consumidos pela solução titulante (BACCAN et al., 2004).

Os resultados apresentados na Tabela 1 mostram diferenças significativas entre as marcas analisadas quanto ao teor de iodo, sendo que algumas têm excedente de iodo em relação à faixa recomendada pela legislação vigente - mínimo 20 mg/kg e máximo 60 mg/kg.

Estes resultados causam certo grau de preocupação quando se considera a ingestão a longo prazo, pois se a falta de iodo no sal de cozinha leva ao risco de bócio, o excesso também aumenta o número de casos de uma doença na tireóide (Tireoidite de Hashimoto), uma das principais causas do hipotireoidismo (NIMERA; SILVA; OLIVEIRA, 2002).

O cálcio, na forma de sais, pode estar presente no sal de cozinha como impureza. A determinação de limite de cálcio foi realizada empregando-se a complexometria com EDTA. Os íons cálcio inicialmente formam um complexo com o indicador azul de hidroxinaftol. À medida que a solução titulante de EDTA é adicionada, o indicador é deslocado e se forma um complexo de maior estabilidade entre o cálcio e EDTA, conforme as equações (5) e (6):



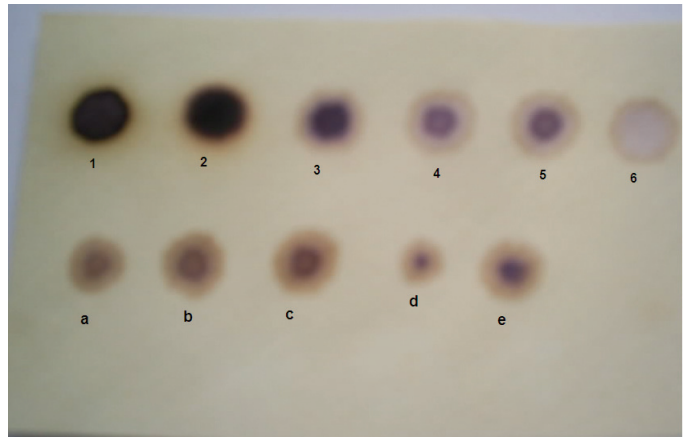
Quando todo o cálcio presente no sal estiver complexado com EDTA, ocorre uma mudança de cor, por causa da presença de indicador na forma livre (não complexada) (MENDHAM et al, 2002).

O limite máximo de cálcio preconizado para sal refinado é de 0,070% e para sal tipo grosso, de 0,140%. Os resultados da Tabela 1 mostram que todas as amostras analisadas estão em conformidade com a legislação; entretanto, isso não exclui a presença de outras impurezas.

O procedimento realizado no teste semi-quantitativo desenvolvido para detecção do iodo nas amostras baseou-se na formação de cor azul gerada pela complexação do iodo liberado com o amido aderido à superfície do papel.

No ensaio semi-quantitativo, observou-se que as soluções de referência com concentrações de iodato de potássio (KIO_3) de 5×10^{-2} , 5×10^{-3} , 5×10^{-4} , 5×10^{-5} e 5×10^{-6} mol L⁻¹ aplicadas no papel apresentaram cor azul com intensidades decrescentes, respectivamente. Comparativamente, as amostras diluídas para obter iodo nas concentrações 5×10^{-4} , 5×10^{-5} , 5×10^{-6} mol L⁻¹ apresentaram intensidades de cor muito semelhantes àquelas das soluções de referência. (Figura 1).

Figura 1. Teste semi-quantitativo para determinação de iodo em sal de cozinha.



Soluções de referência de KIO_3 (1) 5×10^{-1} (2) 5×10^{-2} (3) 5×10^{-3} (4) 5×10^{-4} (5) 5×10^{-5} e (6) 5×10^{-6} mol L⁻¹; amostras de sal refinado (a, b, c, d, e).

Os resultados evidenciaram a validade do método semi-quantitativo proposto para a detecção do iodo em sal de cozinha.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Em face da importância do sal na preparação de alimentos e dos riscos à saúde da população causados tanto pela deficiência como pelo excesso de iodo, torna-se necessário o controle de qualidade para averiguar a adequação aos critérios da legislação atual. Os resultados obtidos neste trabalho evidenciaram a existência de problemas em termos de qualidade das marcas comerciais analisadas quanto ao teor de iodo e pureza, a qual é inferior à recomendada. O teste semi-quantitativo desenvolvido mostrou-se simples, rápido e de baixo custo para a detecção de iodo.

REFERÊNCIAS

- ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/>> Acesso em: 29 abr. 2008.
- BACCAN, N. et al. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2004.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Lei nº 1944, de 14 de agosto de 1953 – Torna obrigatória a iodetação do sal de cozinha destinado a consumo alimentar nas regiões biogênicas do país **D.O.U. - Diário Oficial da União**. Brasília, DF, 20 ago. 1953.
- _____. Ministério da Saúde. Lei nº 6150, de 03 de dezembro de 1974 - Dispõe sobre a obrigatoriedade da iodetação do sal, destinado ao consumo humano, seu controle pelos órgãos sanitários e dá outras providências. **D.O.U. - Diário Oficial da União**. Brasília, DF, 04 dez. 1974.

- _____. Resolução RDC nº 130, de 26 de maio de 2003. Considera próprio para consumo humano o sal que contiver teor igual ou superior a 20 (vinte) miligramas até o limite máximo de 60 (sessenta) miligramas de iodo por quilograma de produto. **D.O.U. - Diário Oficial da União**. Brasília, DF, 28 maio 2003.
- CROUCH, S. R. et al. **Analytical chemistry: an introduction**. 7. ed. Orlando: Harcourt, 2000.
- DELANGE, F.; BENOIST, B.; BURGI, H. Determining median urinary iodine concentration that indicates adequate iodine intake at population level. **Bulletin of the World Health Organization**, v. 80, n. 8, p. 633-636, ago 2002,
- FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 3. ed. São Paulo: Organização Andrei, 1977.
- GUYTON, A. C.; HALL, J. E. **Fisiologia médica**. 10. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2002.
- INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/inmetro/>>. Acesso em 29 abr. 2008.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3. ed. São Paulo: O Instituto, 1985.
- MEDEIROS, M. A. **Sal de cozinha – NaCl ou o quê?** Disponível em: <<http://www.quiprocura.net/sal.htm>> Acesso em: 20 abr. 2008.
- MACEDO, J. M. S. de. Tireóide e Drogas Antitireoidianas. In: SILVA, P. **Farmacologia**. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2002.
- NIMERA, M.; SILVA, M. E.; OLIVEIRA, J. E. de. Associações entre iodo no sal e iodúria em escolares, Ouro Preto, MG. **Revista de Saúde Pública**, v. 36, n. 4, p. 500-504, 2002.
- OHLWEILER, O. A. **Química analítica quantitativa**. 2. ed. Rio de Janeiro: Livros técnicos científicos, 1976.
- SILVERTHORN, A.; GARRISON, C. W.; OBER, W. C. **Fisiologia humana: uma abordagem integrada**. 2. ed. São Paulo: Manole, 2003.
- MENDHAM, J. et al. **Vogel - Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.