



Caracterização de Autenticidade da Resina Fóssil Âmbar

A pedido da BB + Lindo do Mundo foi incumbido de desenhar um protocolo analítico com o objetivo de avaliar a autenticidade das resinas utilizadas como material de confecção de sua linha de ornamentos “Âmbar Báltico”.

Primeiramente, se faz necessário algumas considerações sobre a constituição e as características esperada para uma resina do tipo âmbar e sobre as técnicas analíticas que foram empregadas para a certificação de sua autenticidade.

Em termos gerais, o âmbar báltico é um produto do processo de fossilização das resinas secretadas dos troncos de árvores do tipo coníferas que são comum na região dos países Bálticos (Lituânia, Letônia, Estônia e Polônia). Essas resinas são constituídas principalmente de diterpenos das classe dos pimaranos e labdanos, ácidos orgânicos e compostos fenólicos, que ao longo de milhares de anos sofrem reações de condensação formando estruturas poliméricas com aparência semelhantes a de um mineral, sendo assim classificadas como mineraloides.

A análise para certificação da autenticidade baseou-se na caracterização das propriedades moleculares e termofísicas do material investigado, considerando que as resinas vegetais fossilizadas apresentam características distintas das observadas em outros materiais de aparência similar, como algumas resinas plásticas (polímeros sintéticos) e gemas (minerais). Como estratégia analítica foram empregadas três diferentes técnicas instrumentais adequadas a este contexto, sendo elas:

1. Espectroscopia na região do infravermelho médio com transformada de fourier (FT-IR): Determina os grupamentos químicos presentes no material através de suas transições roto-vibracionais. É a técnica mais usual para certificação de resinas fossilizadas;
2. Análise termogravimétrica (TGA): Avalia as temperaturas de decomposição do material e também a presença de possíveis compostos inorgânicos. Foi utilizada como uma técnica complementar;
3. Calorimetria diferencial exploratória (DSC): Usada para medir com precisão o calor das transições térmicas como a fusão, cristalização, transição vítrea e os relaxamento entálpico. Foi utilizada como uma técnica complementar;

De forma resumida temos os seguinte resultados:



1. Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR): O material apresenta comportamento típico de uma resina vegetal fossilizadas tipo âmbar devido as seguintes características: Absorções na região 2929 e 2866 cm^{-1} são atribuídas aos estiramentos C-H de grupos CH₂ e CH₃, o picos de carbonila (C=O) observado entre 1700 e 1740 cm^{-1} é característico de grupos éster e ácidos orgânicos. Um larga absorção observada entre 1259-1150 cm^{-1} com pico em 1159 cm^{-1} que é descrita com a assinatura de grupos succinato (CO-O-), estiramentos tipo C=C foram observados pela presença da banda 888 cm^{-1} . Também foi observado um ombro espectral com pico em 1246 cm^{-1} que vem sendo reportado na literatura como "baltic shoulder", ou seja, uma região considerada uma assinatura espectral da resina báltica. (Referência: GEMS & GEMOLOGY, Vol. 45, No. 3, pp. 158–177.)

2. Análise Termogravimétrica (TGA): O material apresenta decomposição térmica em 455°C (ápice), foram observados baixos níveis de formação de negro de fumo e ausência completa de cargas inorgânicas após processo oxidativo. Os resultados são compatíveis com os esperados para as resinas vegetais fossilizadas e descarta a hipótese de adulteração por pigmentação artificial. (Referência: Phys. Chem. Minerals, 27 (2000) 665-678)

3. Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC): O material testado não apresentou transições térmicas na fase cristalina mostrando uma constituição exclusiva de fase amorfa, essa observação descarta a hipótese da presença de materiais termoplásticos e fortalece a conclusão de se tratar de uma resina vegetal fóssil onde é esperada a predominância do estado amorfo.

CONCLUSÃO: *Por si só o ensaio de FTIR já foi suficiente para confirmar que a estrutura molecular do material testado é equivalente a uma resina vegetal fossilizada e essa conclusão também é corroborada pelas análises complementares de TGA e DSC. Dessa forma, as amostras testadas foram certificadas como resinas tipo âmbar autênticas.*

Todas as análises laboratoriais foram conduzidas no CCDM/UFscar - Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais da Universidade Federal de São Carlos sob o patrocínio do BB + Lindo do Mundo e a interpretação dos resultados e definição do protocolo são de minha responsabilidade.

São Paulo, 29 de Julho de 2016.



ALAN PASSERO

Químico, B.S. - CRQ-04163514

Cliente: BB+Lindo do Mundo
Contato: [REDACTED]
Endereço: [REDACTED]
Cidade: Sao Paulo Estado: SP CEP: 05303903
OS: 9594/11949-0
Data de recebimento da amostra(s): 27/06/2016
Período de realização: 29/06/2016 – 08/07/2016

ENSAIO DE INFRAVERMELHO

1 – OBJETIVO(S)

O objetivo deste trabalho foi avaliar 2 (duas) amostras poliméricas através de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR).

2 – CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A Tabela 1 apresenta a identificação das amostras fornecidas pelo cliente e a utilizada pelo CCDM.

Tabela 1 – Identificação das amostras.

Identificação do CCDM	Quantidade	Identificação do Cliente	Descrição da(s) amostra(s)
LCP160357	-	Amostra #01	-
LCP160358	-	Amostra #02	-

3 – MÉTODO

3.1 – Espectroscopia no infravermelho (FT-IR)

Esta técnica consiste em incidir radiação eletromagnética correspondente a faixa do infravermelho ($4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$) na amostra polimérica. A energia associada a estes comprimentos de onda uma vez absorvida pela molécula converte-se em energia de rotação-vibração molecular. Este fenômeno de transmissão é extremamente quantizado e altamente dependente dos grupamentos químicos que estão presentes na amostra. Portanto análise e interpretação de um espectro no infravermelho obtido para um polímero mostram os grupamentos químicos presentes em sua estrutura e conseqüentemente sua estrutura.

Neste trabalho foi utilizado um espectrofotômetro Nexus 4700 FTIR da Thermo Nicolet. Os espectros foram obtidos com 32 repetições, leitura de 4000 a 400 cm^{-1} , e resolução igual a 4 cm^{-1} . As amostras foram incorporadas em pastilhas de brometo de potássio (KBr) e analisadas por transmissão. A análise foi realizada conforme a instrução de trabalho interna LCP131-revisão 005, no dia 04 de julho de 2016.

4 – RESULTADOS E ANÁLISE

4.1 – Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

A Figura 1 apresenta uma comparação dos espectros das duas amostras observadas. Já as Figuras 2 e 3 mostram respectivamente os espectros de transmissão no infravermelho das amostras LCP160357 e LCP160358 na região de 4000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} .

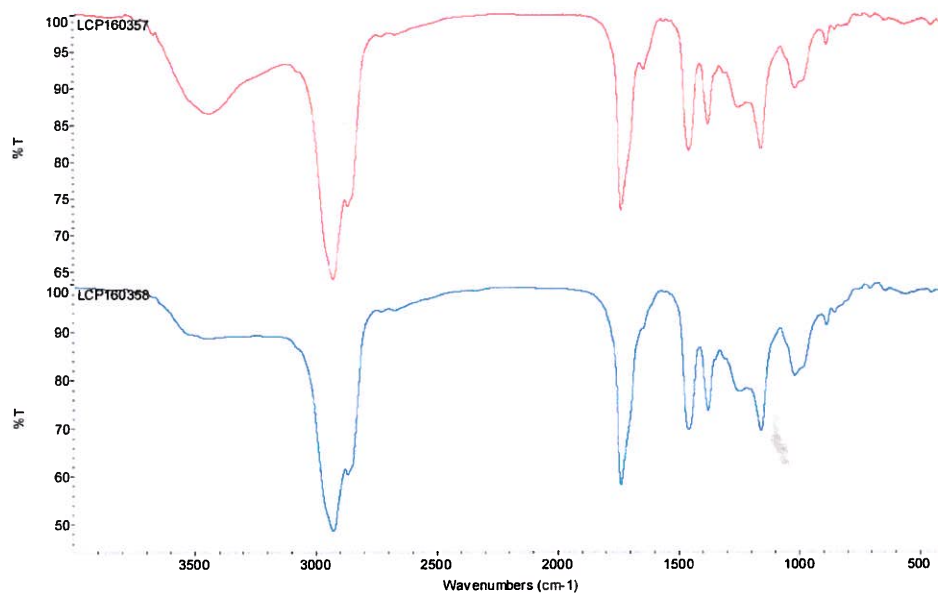


Figura 1 – Espectro de transmissão no infravermelho das amostras analisadas (—) LCP160357 e (—) LCP160358.



Figura 2 – Espectro de transmissão no infravermelho da amostra LCP160357.

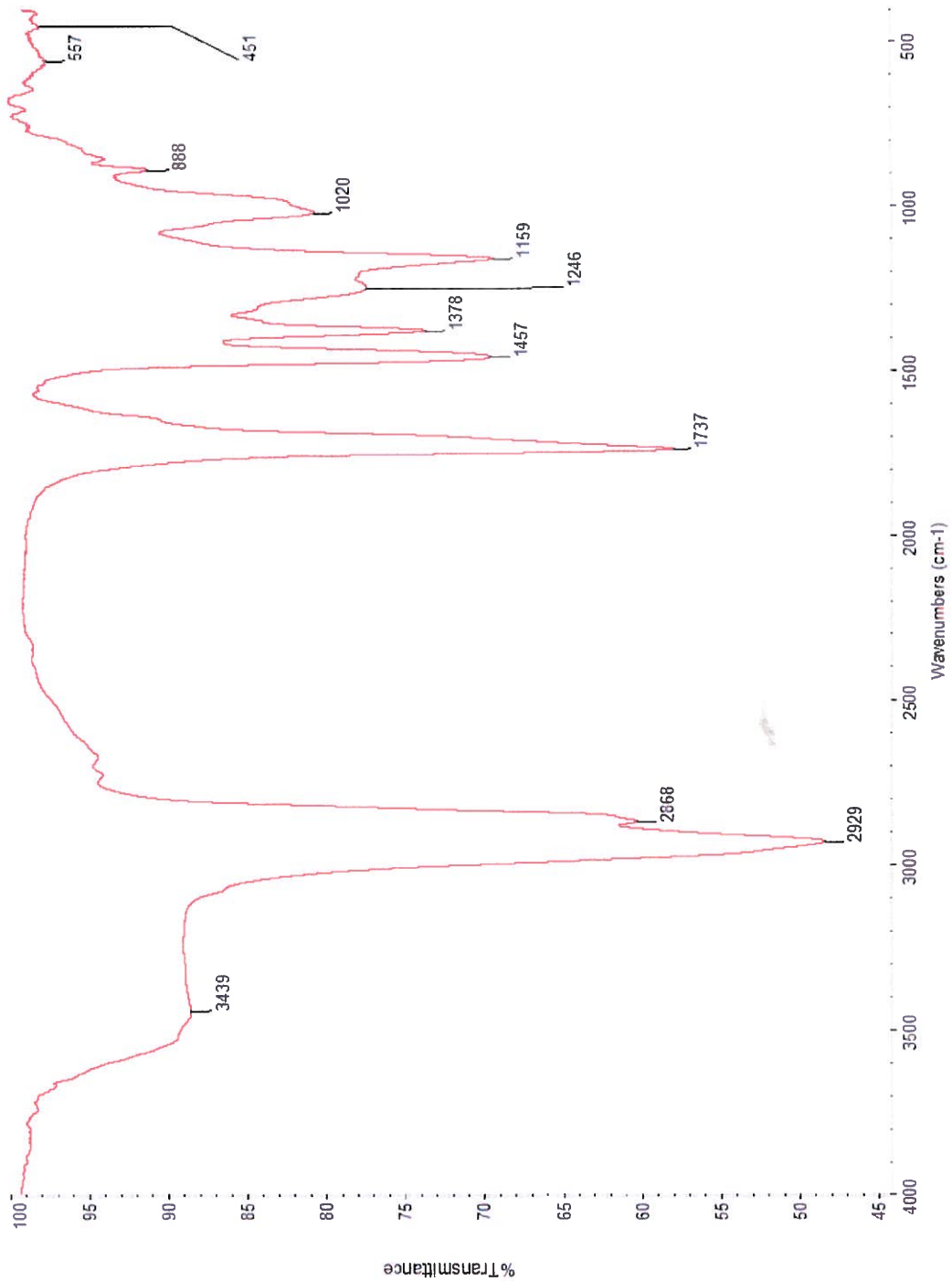


Figura 3 – Espectro de transmissão no infravermelho da amostra LCP160358.

São Carlos, 08 de julho de 2016.

Eng. Rubens Eduardo dos Santos, MSc.
Supervisor Técnico
E-mail – rubens@ccdm.ufscar.br

Cláusulas de responsabilidade:

- a) A amostragem relativa a este documento é de responsabilidade do cliente e estes resultados referem-se apenas às amostras ensaiadas (não extensivo a outras amostras);
- b) As amostras serão mantidas de acordo com o estabelecido no orçamento/contrato. Em caso de ensaios destrutivos serão mantidos somente os registros do serviço. Os registros deste serviço serão mantidos por 5 anos.
- c) A reprodução deste documento deve ser realizada na íntegra. O laboratório não é responsável em caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento. Reprodução de partes do documento requer aprovação por escrita do laboratório.

FIM DO DOCUMENTO