

INTRODUÇÃO



51 Sb
Antimony
121.760

- Fórmulas Infantis são usadas na alimentação de crianças nos primeiros meses de vida
- Sb: propriedades eméticas e exposição crônica pode levar a problemas gastrointestinais
- USESPA: dose oral máxima, por dia, de 0,4 μg Sb / kg massa corpórea

OBJETIVO

Desenvolver um método analítico para a determinação de antimônio total em diferentes amostras de fórmula infantil usando a técnica de espectrometria de absorção atômica por geração de hidretos com forno de grafite (HG-GF AAS), empregando a amostragem em suspensão.

EXPERIMENTAL

Parâmetros Instrumentais

- HG-GF AAS: Espectrômetro AAS 5EA
 - $\lambda = 216,07 \text{ nm}$
 - Vazão de Ar = 100 mL min^{-1}
 - $T_{\text{coleta}} = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_{\text{atomização}} = 2200 \text{ }^\circ\text{C}$

- Soluções padrão de Sb preparadas em HCl 1 mol L^{-1} e KI 8% e Ácido ascórbico 0,5% como pré-redutor
- Solução redutora: NaBH_4 0,5% em KOH 0,4%
- Solução carreadora: HCl 1 mol L^{-1}
- Amostras comerciais de formulação infantil

Soluções de trabalho e amostra

Preparo das amostras

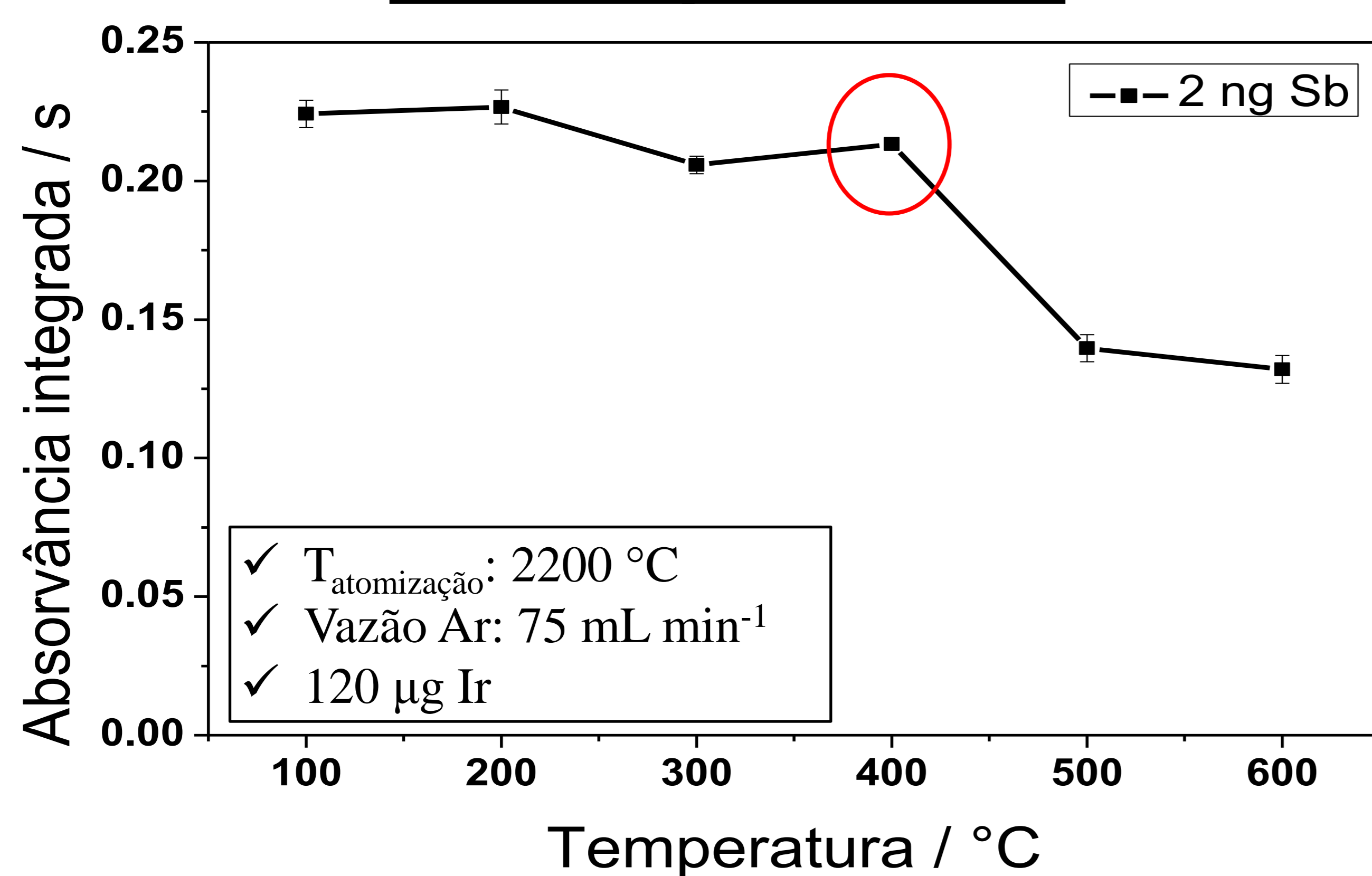
- As amostras foram moídas em um Micro moinho de facas, peneiradas em malha de $45 \mu\text{m}$ e então armazenadas em frascos plásticos até a análise.

Preparo da suspensão

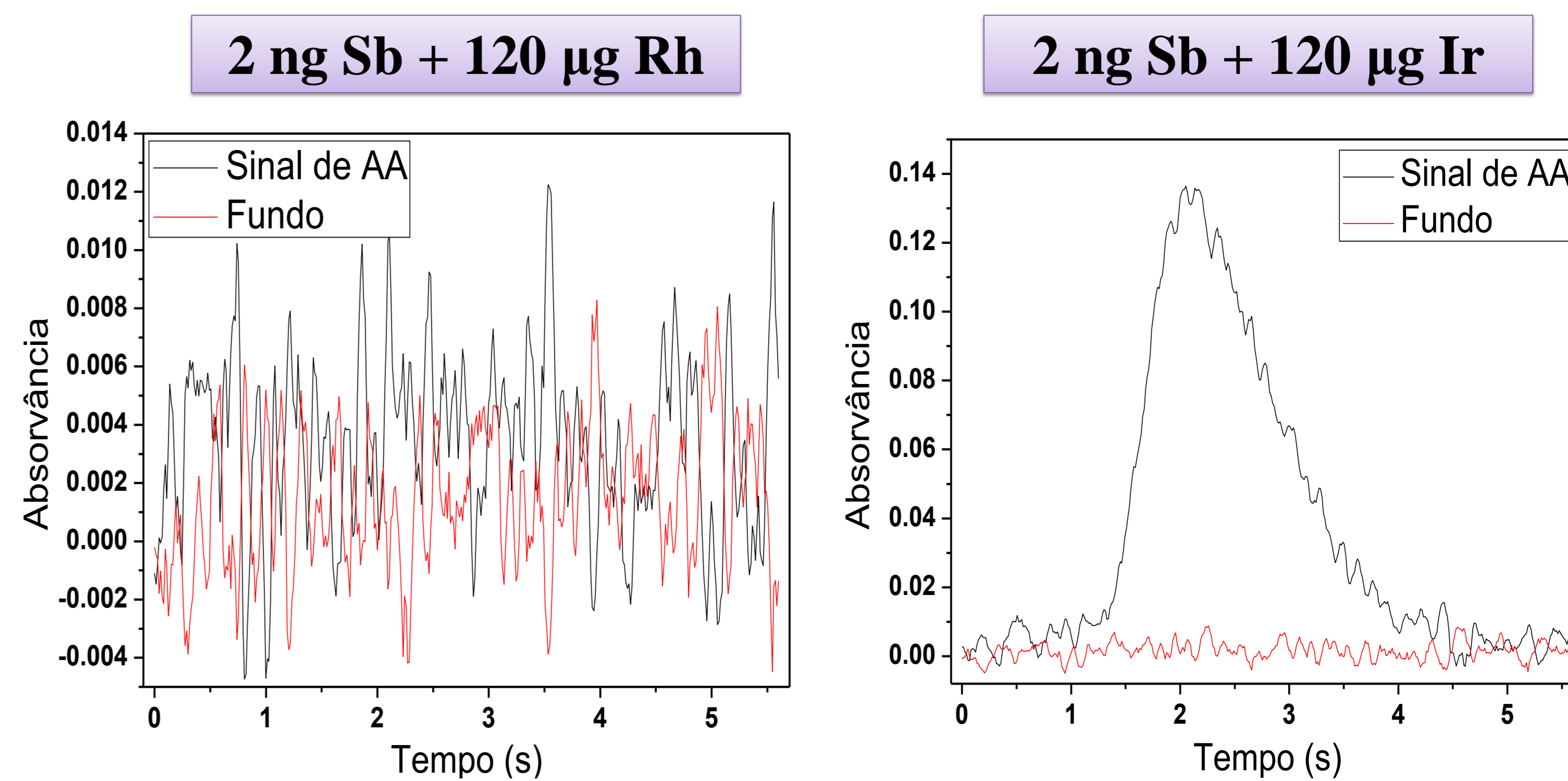
- 0,3g da amostra + 7,5 mL de HCl 3 mol L^{-1}
- 15 min aquecimento em banho a $80 \text{ }^\circ\text{C}$
- 15 minutos agitação ultrasônica
- 1,5 mL de solução pré-redutora de KI 80% + Ácido ascórbico 5%
- Avolumada com água ultrapura a 15 mL.

RESULTADOS

Estudo da temperatura de coleta

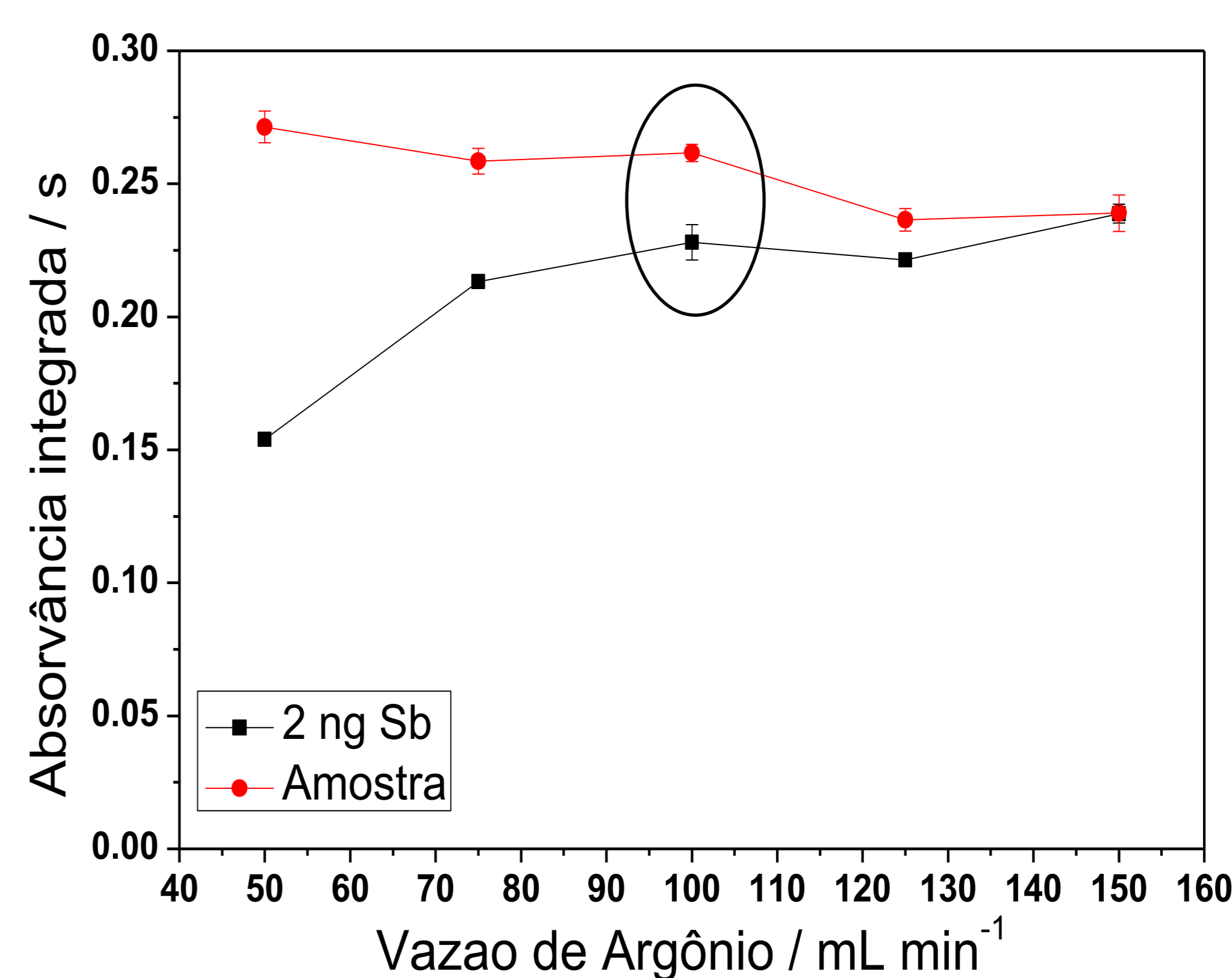


Estudo de modificadores permanentes



✓ Melhor resultado obtido com $120 \mu\text{g Ir}$

Estudo da vazão do gás de arraste



✓ Melhor condição para 100 mL min^{-1}
✓ Melhor reprodutibilidade para a amostra

PARÂMETROS DE MÉRITO

Equação da reta da curva de calibração	$A_{\text{int}} (\text{s}) = 0,0204 + 0,0986 m (\text{ng})$
R	0,9995
LOD ($\text{ng} / \text{ng g}^{-1}$)*	0,03 / 0,84
LOQ ($\text{ng} / \text{ng g}^{-1}$)*	0,11 / 2,80
$m_0 (\text{ng})$	0,04

* Calculados para 0,30 g de amostra

CONCENTRAÇÃO ($\mu\text{g kg}^{-1}$) DE Sb EM FÓRMULAS INFANTIS

	Amostra em suspensão	Amostra digerida
Amostra 1	$10,42 \pm 0,93$	$9,98 \pm 0,89$
Amostra 2	$82,05 \pm 0,98$	$81,22 \pm 3,56$
Amostra 3	$22,55 \pm 0,52$	$19,79 \pm 1,12$

* dp_{comb} para 3 replicatas.

Suspensão x digestão: resultados concordantes com 95% de confiança

CONCLUSÕES

- Os resultados demonstram que é possível realizar a determinação de Sb em amostras de formulação infantil empregando a HG-GF AAS e amostragem em suspensão. O método analítico apresentou boa precisão e exatidão, além de uma excelente sensibilidade.
- Considerando uma criança de 4 meses de idade e peso de, aproximadamente, 6 kg, e que ela ingira a quantidade de formulação recomendada pelos fabricantes, nenhuma das amostras analisadas extrapolaria a recomendação diária de ingestão de Sb.

AGRADECIMENTOS: