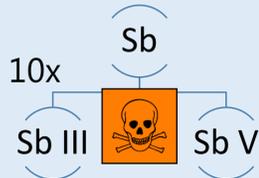


## INTRODUÇÃO

- ✓ Importância da especiação: diferentes toxicidades do Sb III e Sb V.
- ✓ Formulações infantis: avaliar o risco de exposição ao antimônio a que estão submetidas lactentes e crianças de primeira infância.
- ✓ Geração de hidretos: cinética da reação permite a especiação.



## OBJETIVO

Desenvolver um método analítico para a análise de especiação química dos dois diferentes estados de oxidação do antimônio, Sb III e Sb V, em amostras de formulações infantis, utilizando a técnica de geração de hidretos acoplada à espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (HG-GF AAS).

## EXPERIMENTAL

### Instrumentação

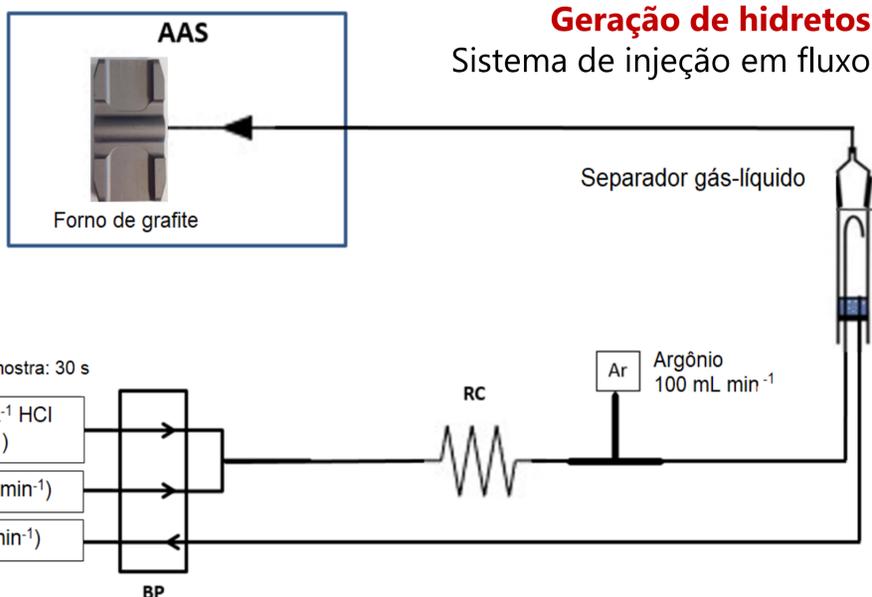
- GF AAS (AAS 5EA, Analytik Jena)
- $\lambda = 217,6 \text{ nm}$  /  $i = 4 \text{ mA}$  /  $f = 0,5 \text{ nm}$

### Condições otimizadas

- Temperatura de coleta:  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  / atomização:  $2200 \text{ }^\circ\text{C}$
- Modificador químico: irídio ( $120 \text{ } \mu\text{g}$ )

### Geração de hidretos

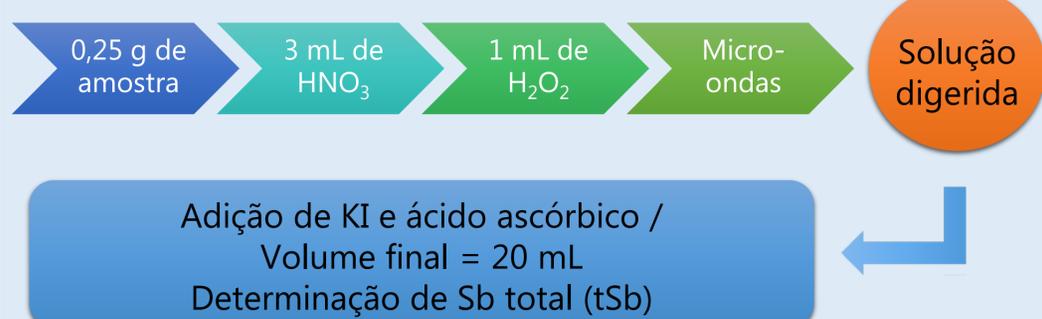
Sistema de injeção em fluxo



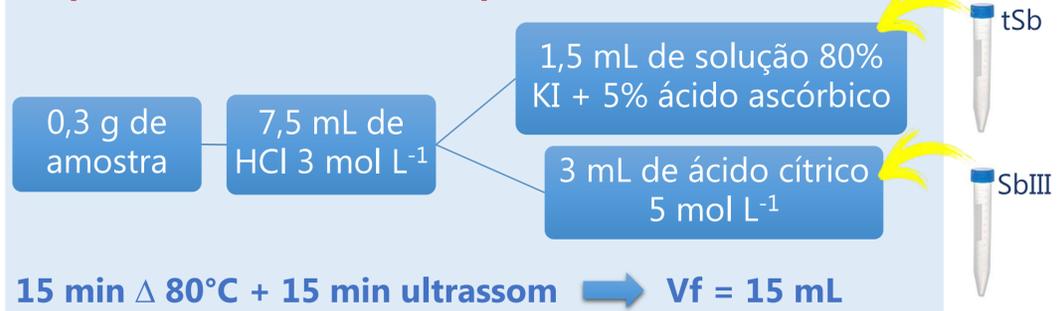
Tempo de injeção da amostra: 30 s

- Amostra ou  $1 \text{ mol L}^{-1} \text{ HCl}$  ( $4 \text{ mL min}^{-1}$ )
- $\text{NaBH}_4$  ( $1,5 \text{ mL min}^{-1}$ )
- Resíduo ( $6 \text{ mL min}^{-1}$ )

### Preparo das amostras por digestão assistida por MW

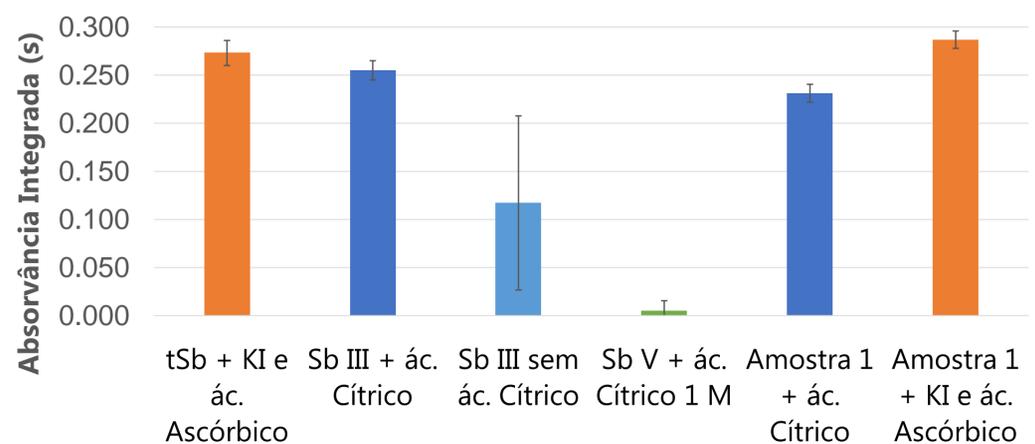


### Preparo das amostras em suspensão



## RESULTADOS

### Estudo da influência do ácido cítrico



### Observações

- ✓ Ácido cítrico previne conversão entre Sb III e Sb V.
- ✓ Sb V pode ser determinado pela diferença entre tSb e Sb III.

### Figuras de mérito

Parâmetro	tSb	Sb III
Eq. regressão linear	$A = 0,129 \text{ m (ng)} + 0,017$	$A = 0,120 \text{ m (ng)} + 0,013$
Coef. de regressão (R)	1,000	0,999
LOD ( $\text{ng g}^{-1}$ )	0,41	0,68
LOQ ( $\text{ng g}^{-1}$ )	1,38	2,08
$m_0$ (pg)	32	34
Faixa Linear (ng)	0,6 – 2,0	0,6 – 2,0

### Quantificação

Amostra	Suspensão ( $\text{ng g}^{-1}$ )			Digestão ( $\text{ng g}^{-1}$ )
	tSb	Sb III	Sb V	tSb
Amostra 1	$25,3 \pm 1,5$	$16,9 \pm 0,6$	$8,4 \pm 1,6$	$26,0 \pm 2,7$
Amostra 2	$18,1 \pm 3,2$	$9,9 \pm 1,5$	$8,2 \pm 3,5$	$19,5 \pm 0,8$

### Teste t Student

- ✓ Valores para suspensão e digestão são considerados iguais em um nível de confiança de 95%.

## CONCLUSÃO

O ácido cítrico previne a conversão do Sb V à  $\text{SbH}_3$ , possibilitando a análise de especiação do Sb III e Sb V através da técnica de HG-GF AAS, empregando-se a amostragem em suspensão. O método desenvolvido se mostrou extremamente sensível e exato.