

10

Conclusões

Neste trabalho foi estudada e desenvolvida uma metodologia para a determinação de estanho em leite humano. Buscou-se uma forma rápida e sem pré-tratamento intensivo da amostra, utilizando a espectrometria de absorção atômica no forno de grafite, com aquecimento transversal, cujas condições isotérmicas de atomização e eficiência do sistema de correção da atenuação de fundo tornam atraente este tipo de determinação, até porque os poucos métodos disponíveis para a determinação de estanho em leite realizam algum pré tratamento da amostra.

Verificou-se que temperaturas de pirólise e atomização de 1300°C e 2200°C respondem as necessidades do método, não importando a forma de Sn presente, desde que haja a utilização de paládio + magnésio como modificador químico. Massas de 10 µg de paládio + 5 µg de magnésio, injetadas no forno de grafite em um volume de 10 µL, com pré-secagem, mostraram boa eficiência quanto à estabilização térmica das espécies estudadas.

Dos diluentes estudados, o que se mostrou mais adequado foi o HNO₃ 0,2% (V/V), por proporcionar melhor homogeneização, sem a precipitação de compostos presente no leite, além de não sacrificar a sensibilidade (a não ser aquela esperada pelo efeito de diluição) e, por conseguinte, o LOD. O fator de diluição proposto foi de 1+1, pois foi o que permitiu o melhor LOD. Verificou-se a necessidade do uso de adição de analito como método de calibração, o que pode estar vinculado a diferenças na composição de matriz das diferentes amostras estudadas. Foi verificado que maiores diluições não mudariam esta situação.

As curvas de calibração mostraram-se lineares até 200 µg.L⁻¹, sempre com coeficientes de correlação melhores que 0,99. Os limites de detecção e

quantificação, calculados de acordo com o INMETRO, foram de 0,6 e 2,1 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente, para o iSn.

Embora o sinal analítico de iSn sofra uma influência positiva da matriz de leite (mesmo diluída 1+1), esta não pode ser imputada à influência do cálcio e cloreto, presentes na amostra, por estes elementos terem se mostrado agentes supressores. Mas, a presença de fósforo contribui para este efeito, uma vez sua adição provocou o aumento da sensibilidade.

Devido à ausência de amostra certificada, um estudo de recuperação com iSn foi realizado, como forma de verificação da exatidão da metodologia proposta e, dentre as diferentes concentrações estudadas, a todas se associaram fatores de recuperação melhores que 95%. A análise de amostras advindas de populações provavelmente expostas ao iSn, mostrou valores entre 2,1 e 9,7 $\mu\text{g.L}^{-1}$. A literatura²⁹ reporta valores típicos menores que 3,1 $\mu\text{g.L}^{-1}$ para populações não expostas. Assim, os resultados encontrados sugerem algum tipo de contaminação materna.

A mistura modificadora escolhida também estabilizou de modo efetivo os compostos orgânicos de estanho estudados, embora sejam necessários estudos adicionais visando contornar os efeitos da forma do Sn na sensibilidade. No entanto, em se tratando da espécie orgânica mais provável (MMT) no caso da presente aplicação do método, este desvio não será superior a 20%, caso utilize-se iSn como analito de adição na calibração.