7
Experimental

7.1
Instrumental

A concentração de estanho foi determinada por meio de um espectrômetro de absorção atômica Analyst 800, equipado com forno de grafite aquecido tranversalmente e amostrador automático AS-800 (Perkin-Elmer, Norwalk, USA). Tubos de grafite com cobertura pirolítica com plataforma integrada de grafite totalmente pirolítico, "end capped", foram utilizados em todos os experimentos (Perkin Elmer, part n. B3000655). A fonte de radiação utilizada foi uma lâmpada de descarga sem eletrodo, operando em uma corrente de 280 mA. O comprimento de onda escolhido foi 286,3 nm, por ser a linha mais sensível do estanho, e a largura de fenda utilizada foi de 0,7 nm. Argônio 99,99% (White Martins, Rio de Janeiro, Brasil) foi empregado como gás de proteção e purga. Uma solução de Triton X-100 0,25% v/v (Vetec, Rio de Janeiro, Brasil) ajudou na limpeza do capilar do amostrador automático. Todas as leituras foram realizadas em área de pico (absorvância integrada), com um tempo de integração de 5 segundos. Os resultados apresentados foram a média de duas medições, já descontadas do branco, exceto aqueles que mostraram uma diferença maior do que 10%, onde realizou-se uma terceira medição.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0621168/CA

7.2
Reagentes, Soluções e Materiais

Todas as soluções foram preparadas a partir de reagentes de alta pureza e água ultra pura (Milli-Q, 18,2 MΩ cm^{-1}), previamente purificada por sistema de osmose reversa (RiOs 16, Milli-Pore, São Paulo, Brasil).

As soluções de estanho inorgânico foram obtidas por diluições adequadas da solução estoque de estanho com concentração igual a 1000 mg L^{-1} (Perkin Elmer), enquanto que soluções de estanho orgânico, na concentração de 1 mg L^{-1}, como estanho, foram preparadas a partir da pesagem e diluição dos sais orgânicos sólidos de trimetilestanho, dimetilestanho, monometilestanho, tributilestanho, dibutilestanho, e monobutilestanho (Acros Organics, Geel, Bélgica) com metanol (Merck, Darmstadt, Alemanha).

A solução do modificador químico foi preparada com nitrato de paládio 10 g L^{-1} e nitrato de magnésio 10 g L^{-1}, diluídos em ácido nítrico 2% v/v (todos Merck, Darmstadt, Alemanha).

Todas as vidrarias e materiais de plástico foram descontaminados de acordo com o seguinte protocolo: imersão em Extran 5% (v/v) (Merck, Darmstadt, Alemanha) por 24 horas, e posterior enxágüe com água corrente em abundância; após esta etapa, o material foi imerso numa solução de HNO_3 10% (v/v) durante 48 horas e enxaguado copiosamente com água tipo 1 (Milli-Q, Millipore) e colocado em estufa, para secagem, à 40ºC, evitando contato com superfícies metálicas e deposição de poeira.

7.3
Armazenamento das amostras

As amostras coletadas para estudo, obtidas a partir de um banco de leite foram homogeneizadas, divididas em alíquotas de 5 mL, a fim de evitar sucessivos descongelamentos de toda a amostra, que poderiam afetar a qualidade da mesma e em seguida, congeladas à –10ºC até o momento da análise. Não foram fornecidos dados relativos à idade das doadoras das amostras de leite. As amostras, oriundas da cidade de Jamari, RO, foram armazenadas em tubos de

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0621168/CA

polietileno e descongeladas somente no momento da análise. Previamente às análises, foram diluídas 1+1 em ácido nítrico 0,2 % (v/v) (Merck, Darmstadt, Alemanha), para posterior determinação por ET AAS.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0621168/CA