

Stanovenie antimónu vo vybraných potravinárskych výrobkoch metódou FI-HG-AAS

MÁRIA KOREŇOVSKÁ

SÚHRN. Práca sa zaoberá vypracovaním spektrometrickej metódy FI-HG-AAS (flow injection hydride generation atomic absorption spectrometry) vo vyhriatom bloku na stanovenie antimónu v ovocí, zelenine, mliečnych a pekárskech výrobkoch. Optimalizovali sme jednotlivé kroky metódy a stanovili sme analytické a štatistické parametre metódy (detekčný limit bol $0,15 \mu\text{g.kg}^{-1}$, limit stanovenia bol $0,51 \mu\text{g.kg}^{-1}$, neistota merania typu A (u_A) bola 9,7 %, neistota merania typu B (u_B) bola 10,4 %, kombinovaná neistota merania (u_C) bola 14,3 %). Výťažnosť metódy sa pohybovala od 75,8 % do 109,6 %. Namerali sme nízku koncentráciu antimónu v ovocí ($2\text{--}20 \mu\text{g.kg}^{-1}$), zelenine ($3\text{--}20 \mu\text{g.kg}^{-1}$), mliečnych výrobkoch ($4\text{--}30 \mu\text{g.kg}^{-1}$) a pekárskech výrobkoch ($3\text{--}23 \mu\text{g.kg}^{-1}$).

KLÚČOVÉ SLOVÁ: antimón; atómová absorpčná spektrometria, FI-HG-AAS, potraviny

Antimón sa v prírode vyskytuje vo forme sulfidov, prípadne oxidov vo formách Sb(III) a Sb(V). Používa sa v typografii, pri výrobe akumulátorov, skla, keramických emailov, pigmentov, ako súčasť vulkanizačných činidiel a pri výrobe ohňovzdorných textílií.

Najvýznamnejšou cestou príjmu antimónu u človeka je za normálnych podmienok potravinový reťazec. Pri chronickej intoxikácii antimónom je výraznejšie poškodené tkanivo pečene ako sleziny a obličiek. Dystrofické zmeny boli zistené tiež v centrálnom nervovom systéme. Zlúčeniny antimónu sa len pomaly vylučujú z tráviaceho traktu. Po inhalácii sa naopak antimón z pľúc rýchle stráca. Antimón reaguje s povrchovou membránou erytrocytov. Pri hygienickom posudzovaní expozície antimónu je významný dlhý biologický polčas vstrebaného antimónu. Jeho vylučovanie u človeka, ako aj u zvierat použitých pri pokusoch, je dvojfázové. Iniciálna fáza rýchleho vylučovania je v závislosti od typu zlúčeniny antimónu vystriedaná fázou pomalého vylučovania dlhodobej retinovanej časti vstrebanej dávky. Odhady

RNDr. Mária KOREŇOVSKÁ, Výskumný ústav potravinársky, Priemyselná 4, P. O. box 25, 824 75 Bratislava 26. E-mail: maria.korenovska@vup.sk

denného príjmu potravou kolíšu v širokom rozmedzí. Vo Švédsku sa denný príjem odhaduje na 100 µg, v SRN na 23 µg a v USA 250–1250 µg [1]. Tieto veľké rozdiely môžu byť spôsobené aj rôznymi analytickými metódami stanovenia antimónu, ktoré nie sú dostatočne citlivé. Ukázalo sa, že práve metóda FI-HG-AAS (flow injection hydride generation atomic absorption spectrometry) je veľmi citlivá na stanovenie antimónu. Na našom pracovisku sme sa preto zaoberali vypracovaním a optimalizáciou jednotlivých parametrov tejto metódy v matriciach, ktorých najvyššie prípustné množstvo antimónu je veľmi nízke: v pekárskych a mliečnych výrobkoch, v ovocí a zelenine.

Materiál a metódy

Pri optimalizácii parametrov prístroja sme vychádzali z odporúčaní výrobcu atómového spektrometra Perkin Elmer 4100 (Perkin-Elmer, Norwalk, CT, USA). Meranie sme robili na atómovom absorpčnom spektrometri v spojení s prietokovým injekčným analyzátorom FIAS 400 (Perkin-Elmer) v kremennej trubici vo vyhriatom bloku pri 900 °C. Použili sme energeticky výkonnú EDL lampu (Perkin-Elmer) s prúdom na výbojke 290 mA. Meranie sme robili pri vlnovej dĺžke 217,6 nm. Objem vzorky bol 500 µl, nosným plynom bol argón 4.6 a dĺžka reakčnej cievky bola 1000 mm. Na rozloženie matric (návažok 0,5–1 g) sme použili vysokotlakový rozkladný systém Mileston MLS1200 MEGA (Soriso, Taliansko) s programom: 250 W (1 min), 0 W (1 min), 250 W (5 min), 400 W (5 min) a 650 W (5 min). Pri optimalizácii rozkladu sledovaných matric (acidofilné mlieko, jablká, mrkva, chlieb s prídavkami antimónu) sme použili zmes koncentrovanej kyseliny dusičnej a kyseliny chlorovodíkovej (2 ml koncentrovanej HNO₃ s 2 ml koncentrovanej HCl). Zistili sme, že kyselina dusičná zabraňuje stanoveniu antimónu. Pridanú koncentráciu antimónu sme nenamerali. Preto sme rozložili matrice s prídavkami antimónu mineralizačnou zmesou - 4 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej a 1 ml kyseliny chlorovodíkovej a číre mineralizáty sme opatrne odparili na variči (odstránili sme oxidy dusíka), odparok sme rozpustili v 2 ml koncentrovanej HCl, pridali redukčné činidlo 0,5% KI a 0,5% kyselinu askorbovú a doplnili 3% HCl do 10 ml odmernej banky po značku. V ďalších krokoch sme optimalizovali koncentráciu nosnej kyseliny, rýchlosť nosného plynu, dĺžku času redukcie Sb(V) na Sb(III), koncentráciu redukčného činidla KI a kyseliny askorbovej, koncentráciu redukčného činidla - NaBH₄ v 0,05% NaOH. Namerané hodnoty sú v tabuľkách 1 až 5. Optimalizáciu sme robili s roztokmi mineralizátov sledovaných mat-

ríc a s prídavkom antimónu. Výťažnosť metódy stanovenia antimónu v daných matriciách je v tabuľkách 6 až 9. Prezentované hodnoty v tabuľkách sú priemernou hodnotou z troch paralelných stanovení meraných v rôznych časových intervaloch. Kalibračná krivka bola lineárna v rozsahu od 0,002 mg.dm⁻³ do 0,025 mg. dm⁻³.

Výsledky a diskusia

Optimalizácia koncentrácie nosnej kyseliny

Pri meraní antimónu hydridovou technikou sa ako nosná kyselina používa kyselina chlorovodíková. Zvolili sme si koncentrácie 1,5; 3,0; 6,0; 9,0 a 15,0 % HCl a sledovali sme signál (AA - atómová absorbanca) meraný v roztoku Sb 0,005 mg.dm⁻³, pozri tab. 1. Najvyšší signál antimónu sme namerali pri koncentrácii 1,5–3 % kyseliny chlorovodíkovej. Najväčšiu koncentráciu antimónu sme namerali pri 3,0% kyseline chlorovodíkovej, hoci výrazné zmeny koncentrácie sa neprejavili. Túto koncentráciu HCl sme zvolili pre všetky nasledujúce merania.

TAB. 1. Závislosť meraného signálu od koncentrácie nosnej kyseliny.

TAB. 1. Measured signal dependence on HCl concentration (carrying acid).

Nosná kyselina ¹ [%]	1,5	3,0	6,0	9,0	15,0
Signál odvodený z výšky píku ² [AA]	0,105	0,104	0,104	0,102	0,097
Signál odvodený z plochy píku ³ [AA]	0,652	0,661	0,646	0,647	0,618
Koncentrácia pridaného antimónu ⁴ [mg.dm ⁻³]	0,0056	0,0057	0,0056	0,0056	0,0053

1 - carrier acid, 2 - signal derived from the peak height, 3 - signal derived from the peak area, 4 - concentration of the added antimony.

Optimalizácia rýchlosti nosného plynu

Ako nosný plyn sme používali argón 4.6. Na vyhodnotenie optimálnej rýchlosti argónu sme merali signál antimónu v štandardnom roztoku Sb 0,010 mg.dm⁻³. Rýchlosť prietoku sme nastavovali na prietokomere FIAS 400, pozri tab. 2. Sledovaný signál absorbanca antimónu cez plochu a výšku píku bol približne rovnaký v rozsahu rýchlosti nosného plynu 50–80 ml.min⁻¹. So zvyšovaním rýchlosti prietoku argónu sa signál výrazne znižoval a zmenšovala sa aj koncentrácia antimónu.

TAB. 2. Závislosť meraného signálu od rýchlosti prietoku nosného plynu.

TAB. 2. Measured signal dependence on argon flow rate.

Prietok argónu ¹ [ml.min ⁻¹]	40	50	80	100	140
Signál odvodený z výšky píku ² [AA]	0,096	0,125	0,142	0,115	0,112
Signál odvodený z plochy píku ³ [AA]	0,656	0,858	0,872	0,688	0,623
Koncentrácia pridaného antimónu ⁴ [mg.dm ⁻³]	0,0080	0,0105	0,0106	0,0084	0,0076

1- argon flow rate, 2 - signal derived from the peak height, 3 - signal derived from the peak area, 4 - concentration of the added antimony.

Optimalizácia dĺžky času redukcie Sb(V) na Sb(III)

Podmienkou tvorby hydridu je prítomnosť antimónu v trojmocnom stave. Na konverziu Sb(V) na Sb(III) sa používajú rôzne redukčiadlá, z ktorých najbežnejšie sú KI a kyselina askorbová, ktoré vyžadujú veľmi kyslé prostredie. Na určenie optimálnej dĺžky redukčného času sme použili roztoky mineralizátu jablák s prídavkom Sb 0,010 mg.dm⁻³. Po rozložení v mikrovlnnej piecke sme ich zliali, odkúrili na variči a odparok rozpustili v koncentrovanej HCl, potom sme pridali 0,5% KI a 0,5% kyselinu askorbovú, rozdelili na 5 rovnakých objemov a v čase od 5 do 60 minút dopĺňali do objemu 10 ml 3% HCl. Nameraná závislosť je v tab. 3. Na redukciu Sb(V) na Sb(III) postačovala doba 5 minút, keďže sme namerali približne rovnaký signál v danom časovom intervale do 30 min. Po tejto dobe sa signál mierne znižoval a s ním aj koncentrácia antimónu.

Optimalizácia koncentrácie redukčných činidiel KI a kyseliny askorbovej

Naším cieľom bolo zistiť koncentráciu roztoku KI a kyseliny askorbovej, pri ktorej nameriame najvyšší signál antimónu. Do rozpustených odparok mineralizátov mrkvy s prídavkom Sb 0,005 mg.dm⁻³ sme pridávali redukčné činidlo s koncentráciou 0,3 % KI a 0,3 % kyseliny askorbovej, 0,5 %, 1,0 %, 2,0 %, 3,0 %, 4,0 %, 5,0 %, 6,0 %, 7,0 %, 8,0 %, 9,0 %, 10,0 %.

TAB. 3. Závislosť veľkosti signálu od času redukcie Sb(V) na Sb(III).

TAB. 3. Signal magnitude dependence on the time of reduction of Sb(V) to Sb(III).

Čas redukcie ¹ [min]	5	15	30	45	60
Signál odvodený z výšky píku ² [AA]	0,191	0,192	0,194	0,189	0,186
Signál odvodený z plochy píku ³ [AA]	1,309	1,303	1,304	1,301	1,279
Koncentrácia pridaného antimónu ⁴ [mg.dm ⁻³]	0,0109	0,0109	0,0109	0,0109	0,0107

1 - time of reduction, 2 - signal derived from the peak height, 3 - signal derived from the peak area, 4 - concentration of the added antimony.

3,0 %, 5,0 % KI a 5 % kyseliny askorbovej a po 10 minútach sme doplnili odmerné banky s 3% HCl do 10 ml. Nameraná závislosť je v tab. 4. Z name-
ranej závislosti vidieť, že najvyšší signál antimónu sme namerali pri koncen-
trácii redukčného činidla 0,5 % KI a 0,5 % kyseliny askorbovej. Nameraný
pík bol pravidelný. Pri koncentrácii 3 až 5 % KI a 3 až 5 % kyseliny askor-
bovej boli píky široké a pravé rameno mali skrátene. Preto za optimálnu
koncentráciu sme zvolili 0,5 % KI a 0,5 % kyseliny askorbovej.

TAB. 4. Závislosť meraného signálu od koncentrácie
redukčného činidla KI a kyseliny askorbovej.

TAB. 4. Measured signal dependence on KI reducing agent and ascorbic acid concentrations.

Koncentrácia redukovačla ¹ [%]	0,3	0,5	1,0	3,0	5,0
Signál odvodený z výšky píku ² [AA]	0,091	0,092	0,092	0,089	0,086
Signál odvodený z plochy píku ³ [AA]	0,761	0,769	0,697	0,526	0,516
Koncentrácia pridaného antimónu ⁴ [mg.dm ⁻³]	0,0048	0,0049	0,0044	0,0033	0,0032

1 - concentration of the reduction agent, 2 - signal derived from the peak height, 3 - signal
derived from the peak area, 4 - concentration of the added antimony.

Optimalizácia koncentrácie reakčného činidla NaBH₄ v 0,05% NaOH

Optimalizáciu koncentrácie reakčného činidla sme robili pri koncentrácii
antimónu 0,0025 mg.dm⁻³ a 0,025 mg.dm⁻³ v zriedenej kyseline chlorovo-
díkovej. Po redukcii antimónu Sb(III) na Sb(V) s KI a kyselinou askorbovou
sme zmerali signál [AA] z výšky píku a z plochy píku pri koncentráciach re-
akčného činidla NaBH₄ 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 % v 0,05% NaOH. Namerané hod-
noty sú v tab. 5.

Najvyššia citlivosť meraného antimónu bola pri koncentrácii reakčného
činidla 0,05 % NaBH₄ v 0,05% NaOH. Pri tejto koncentrácii sme namerali
najvyšší signál [AA] z plochy píku pre obidve hladiny antimónu.

TAB. 5. Optimalizácia koncentrácie reakčného činidla NaBH₄ v 0,05% NaOH.

TAB. 5. Optimization of the reaction agent NaBH₄ concentration in 0.05% NaOH.

Koncentrácia pridaného antimónu ¹ [mg.dm ⁻³]	NaBH ₄ [%]	0,05	0,1	0,2	0,5
0,0025	Signál odvodený z plochy píku ² [AA]	0,329	0,324	0,315	0,293
0,0250		2,253	1,929	1,573	1,227

1 - concentration of the added antimony, 2 - signal derived from the peak area.

Analytické parametre metódy: detekčný limit, limit stanovenia a kombinovaná neistota merania (podľa odporúčaní IUPAC [2])

Na výpočet detekčného limitu sme merali antimón v slepom pokuse. Meranie sme zopakovali 10-krát a z údajov sme vypočítali smerodajnú odchýlku (s_x). Detekčný limit sme vypočítali ako trojnásobok a limit stanovenia ako 10-násobok smerodajnej odchýlky s_x . Kombinovanú neistotu merania (u_c) sme vypočítali ako odmocninu sumy štvorcov neistoty typu A a neistoty typu B.

Do výpočtu neistoty typu B sme zahrnuli návažok vzorky, jej riedenie (objem odmernej banky), smernicu kalibračnej čiary a meraný signál vzorky [AA].

Namerané a vypočítané parametre:

Detekčný limit:	0,00015 mg.kg ⁻¹
Limit stanovenia:	0,00051 mg.kg ⁻¹
Neistota merania typu A (u_A):	9,75 %
Neistota merania typu B (u_B):	10,47 %
Kombinovaná neistota merania (u_c):	14,3 %

Nameraný detekčný limit a limit stanovenia sú nižšie ako udávajú Barbera a kol. [3] pre metódu vypracovanú pre pitnú vodu.

Potvrdenie správnosti analytickej metódy stanovenia antimónu

Na potvrdenie správnosti analytickej metódy stanovenia antimónu v ovocí, zelenine, v mliečnych a pekárskech výrobkoch je potrebný referenčný materiál danej matrice, alebo stanovenie prídavkov antimónu v danej matrici - výťažnosť metódy. V tabuľke 6 až 9 sú namerané výťažnosti anti-

TAB. 6. Výťažnosť antimónu z mliečnych výrobkov.

TAB. 6. Antimony recovery from dairy products.

Prídavok Sb ¹ [mg.dm ⁻³]	Nameraný celkový Sb ² [mg.dm ⁻³]	Zistený prídavok Sb ³ [mg.dm ⁻³]	Výťažnosť ⁴ [%]
0	0,0008	0	0
0,005	0,0049	0,0041	82
0,010	0,0117	0,0109	109,6
0,020	0,0165	0,0157	78,5

1 - concentration of the added antimony, 2 - total antimony concentration determined, 3 - found antimony concentration, 4 - recovery.

TAB. 7. Výťažnosť antimónu z ovocia.
TAB. 7. Antimony recovery from fruits.

Prídavok Sb ¹ [mg.dm ⁻³]	Nameraný celkový Sb ² [mg.dm ⁻³]	Zistený prídavok Sb ³ [mg.dm ⁻³]	Výťažnosť ⁴ [%]
0	0,00115	0	0
0,005	0,00618	0,00503	100,6
0,010	0,0114	0,01025	102,5
0,020	0,01995	0,0188	94,0

Legend: see Tab. 6.

TAB. 8. Výťažnosť antimónu zo zeleniny.
TAB. 8. Antimony recovery from vegetables.

Prídavok Sb ¹ [mg.dm ⁻³]	Nameraný celkový Sb ² [mg.dm ⁻³]	Zistený prídavok Sb ³ [mg.dm ⁻³]	Výťažnosť ⁴ [%]
0	0,00077	0	0
0,005	0,0060	0,00523	104,6
0,010	0,0093	0,00853	85,3
0,020	0,0176	0,01683	84,2

Legend: see Tab. 6.

TAB. 9. Výťažnosť antimónu z pekárskych výrobkov.
TAB. 9. Antimony recovery from bakery products.

Prídavok Sb ¹ [mg.dm ⁻³]	Nameraný celkový Sb ² [mg.dm ⁻³]	Zistený prídavok Sb ³ [mg.dm ⁻³]	Výťažnosť ⁴ [%]
0	0,00055	0	0
0,005	0,00553	0,00498	99,6
0,010	0,0087	0,00815	81,5
0,020	0,0157	0,01515	75,8

Legend: see Tab. 6.

mónu v analyzovaných matriciach, keďže sme nemali vhodný certifikovaný referenčný materiál. Výťažnosť metódy je od 75,8 % do 109,6 %, čo je relatívne široký interval a súvisí práve s úpravou vzorky pred meraním, ale spĺňa požiadavky na vnútornú validáciu metódy [4].

V tab. 10 sú namerané obsahy antimónu v certifikovaných referenčných materiáloch (CRM) - v riasach ČSRM č. 12-2-02 P-ACHK a v ražnej chle-

bovej múke ČSRM č. 12-2-05 P-RBF a porovnané s informačnými hodnotami antimónu, ktoré boli udané na certifikačných listoch. Namerané množstvo antimónu zodpovedá informačnému množstvu antimónu. Štandardná odchýlka nami nameraná v riasach je vyššia ako je udaná v CRM. Uvedené súvisí s použitou metódou merania antimónu, nakoľko prezentovaná štandardná odchýlka bola dosiahnutá metódou inštrumentálnej neutrónovej aktivačnej analýzy. Pri druhom CRM - ražná chlebová múka, nebola štandardná odchýlka udaná. Nami nameraná odchýlka je relatívne vysoká, ale je akceptovateľná pre takú nízku koncentráciu a použitú úpravu vzorky.

TAB. 10. Namerané obsahy antimónu v certifikovaných referenčných materiáloch s informačnými hodnotami.

TAB. 10. Determined contents of antimony in certified reference materials with informative contents.

Názov CRM ¹	Riasy P-ACHK	Ražná múka P-RBF
Namerané množstvo Sb ² [mg.kg ⁻¹]	0,0933; *0,0916	0,00515; *0,005
Štandardná odchýlka ³ [mg.kg ⁻¹]	0,0091; *0,0048	0,0013; *–
Variačný koeficient ⁴ [%]	9,75	25
Spodná medza ⁵ [mg.kg ⁻¹]	0,0837	0,0034
Horná medza ⁶ [mg.kg ⁻¹]	0,1029	0,0067

CRM - certifikovaný referenčný materiál, * - informačná hodnota udaná v certifikačnom liste.

CRM - certified reference material, * - informative value given in the certificate.

1 - name of CRM, 2 - measured antimony content, 3 - relative standard deviation, 4 - repeatability relative standard deviation, 5 - lower limit, 6 - upper limit.

Namerané obsahy antimónu v ovocí, zelenine, mliečnych a pekárskech výrobkoch

V roku 2000 sme zakúpili ovocie, zeleninu a mliečne výrobky v obchodnej sieti v Bratislave a stanovili sme v nich množstvo antimónu. Naším cieľom bolo zistiť hladinu antimónu vo výrobkoch vyrobených a vypestovaných na Slovensku. Namerané množstvá sú uvedené v tab. 11. Obsah antimónu sme analyzovali v 65 vzorkách. V žiadnej vzorke nebol zistený nadlimitný obsah antimónu. Hladina antimónu v sledovanom ovocí, zelenine a pekárskech výrobkoch bola veľmi nízka vzhľadom na najvyššie prípustné množstvo. V mliečnych výrobkoch bola vyššia, ale tiež neprekročila najvyššie prípustné množstvo antimónu.

TAB. 11. Množstvo antimónu v ovocí, zelenine, mliečnych a pekárskych výrobkoch.

TAB. 11. Contents of antimony in fruits, vegetables, milk and bakery products.

Vzorka ¹	Počet vzoriek ²	Minimum ³ [mg.kg ⁻¹]	Maximum ⁴ [mg.kg ⁻¹]	Priemer ⁵ [mg.kg ⁻¹]	NPM [mg.kg ⁻¹]
mandarínky ⁶	3	0,002	0,020	0,013	0,3
jablká ⁷	5	0,006	0,011	0,008	0,3
cesnak ⁸	3	0,002	0,004	0,003	0,3
cibuľa ⁹	3	0,006	0,011	0,008	0,3
paprika ¹⁰	5	0,009	0,016	0,012	0,3
uhorky ¹¹	2	0,008	0,010	–	0,3
kapusta ¹²	3	0,004	0,021	0,013	0,3
paradajky ¹³	2	0,011	0,014	–	0,3
mrkva ¹⁴	3	0,002	0,008	0,005	0,3
múka ¹⁵	5	0,003	0,023	0,011	0,2
rožky ¹⁶	3	0,005	0,009	0,007	0,2
chlieb ¹⁷	2	0,006	0,007	–	0,2
piškóty ¹⁸	2	0,009	0,012	–	0,2
cestoviny ¹⁹	3	0,003	0,010	0,008	0,2
ovsené vločky ²⁰	2	0,003	0,012	–	0,3
mlieko ²¹	3	0,005	0,006	0,006	0,05
acidofilné mlieko ²²	3	0,004	0,008	0,006	0,05
syr tvrdý ²³	5	0,005	0,021	0,012	0,05
tavené syry ²⁴	6	0,009	0,030	0,022	0,05
sušené mlieko ²⁵	2	0,011	0,020	–	0,05

NPM - najvyššie prípustné množstvo.

NPM - hygienic limit.

1 - sample, 2 - number of samples, 3 - minimum content, 4 - maximum content, 5 - average content, 6 - tangerines, 7 - apples, 8 - garlic, 9 - onion, 10 - pepper, 11 - cucumbers, 12 - cabbage, 13 - tomatoes, 14 - carrot, 15 - flour, 16 - rolls, 17 - bread, 18 - biscuits, 19 - pastry, 20 - oat flakes, 21 - milk, 22 - fermented milk, 23 - cheese, 24 - spread cheese, 25 - dried milk.

Záver

Na záver môžeme konštatovať, že vypracovaná metóda FI-HG-AAS na stanovenie antimónu v ovocí, zelenine, mliečnych a pekárskych výrobkoch je veľmi citlivou metódou, ktorou sa dajú stanoviť presne a správne aj nízke koncentrácie antimónu v sledovaných matriciach.

Literatúra

1. BENCKO, V. - ČIKRÍ, M. - LEDER, J.: Toxické kovy v životním a pracovním prostředí člověka. 2. vyd. Praha : GRADA, 1995. 282 s.
2. THOMPSON, M. - WOOD, R.: Harmonized guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories. Pure and Applied Chemistry, 67, 1995, s. 649-666.
3. BARBERA, R. - FARRÉ, R. - ROMERO, I.: Determination of antimony in drinking waters by an inexpensive, reproducible hydride generator for atomic spectroscopy. Die Nahrung, 35, 1991, č. 1, s. 13-19.
4. HILL, A. R. C. - REYNOLDS, S. L.: Guidelines for in-house validation of analytical methods for pesticide residues in food and animal feeds. Analyst, 124, 1999, s. 953-958.

Do redakcie došlo 22.1.2002.

Determination of antimony in selected food products using FI-HG-AAS

KOREŇOVSKÁ, M.: Bull. potrav. Výsk., 41, 2002, p. 41-50.

SUMMARY: The paper deals with the development of a flow injection hydride atomic absorption (FI-HG-AAS) method for determination of antimony in fruits, vegetables, dairy and bakery products. Individual steps of the method were optimized and analytical as well as statistical parameters of the method were determined (the detection limit was $0.15 \mu\text{g.kg}^{-1}$, the limit of quantification was $0.51 \mu\text{g.kg}^{-1}$, the standard uncertainty - type A (u_A) was 9.75 %, the standard uncertainty - type B (u_B) was 10.47 %, the combined standard uncertainty (u_C) was 14.3 %). The recoveries ranged from 75.8 % to 109.6 %. Low levels of antimony in fruits ($2\text{--}20 \mu\text{g.kg}^{-1}$), vegetables ($3\text{--}20 \mu\text{g.kg}^{-1}$), dairy products ($4\text{--}30 \mu\text{g.kg}^{-1}$) and bakery products ($3\text{--}23 \mu\text{g.kg}^{-1}$) were determined.

KEYWORDS: antimony; atomic absorption spectrometry; FI-HG-AAS; food