
**OZNACZANIE CYNKU W PREPARATACH FARMACEUTYCZNYCH
METODĄ ABSORPCYJNEJ SPEKTROMETRII ATOMOWEJ**

Atomowa spektrometria absorpcyjna (*ang. atomic absorption spectrometry AAS*) jest jedną z najczęściej stosowanych metod analitycznych do oznaczania śladowych zawartości pierwiastków. Warunkiem absorpcji atomowej jest obecność wolnych atomów danego pierwiastka w stanie podstawowym na drodze optycznej promieniowania, o charakterystycznej dla tego pierwiastka długości fali.

Absorbancja promieniowania przechodzącego przez warstwę atomów w stanie podstawowym jest wprost proporcjonalna do stężenia atomów oznaczanego pierwiastka i grubości warstwy absorbującej. Ustalając warunki pomiaru tak, by grubość warstwy była stała - otrzymuje się liniową zależność absorbancji od stężenia.

Jako źródło promieniowania stosuje się lampy z katodą wnątkową wykonaną ze spektralnie czystego metalu, która emituje promieniowanie o długości fali odpowiedniej do analizy konkretnego pierwiastka. Technika absorpcyjnej spektrometrii atomowej umożliwia oznaczanie kilkudziesięciu pierwiastków metalicznych oraz niektórych niemetalii. Charakteryzuje ją bardzo wysoka czułość (stężenia rzędu ppm i ppb) i selektywność.

Zastosowanie techniki absorpcyjnej spektrometrii atomowej wymaga odpowiedniego przygotowania próbek. Badaną próbkę poddaje się procesowi mineralizacji, w trakcie którego związki organiczne zawarte w próbce ulegają rozkładowi, a związki nieorganiczne przeprowadzane są do roztworu. Jedną z najpopularniejszych metod rozkładu próbki jest mineralizacja ciśnieniowa z wykorzystaniem energii mikrofalowej w układzie zamkniętym. Rozkład próbki odbywa się pod wpływem czynnika utleniającego, najczęściej kwasu azotowego(V) i 30% nadtlenu wodoru, w układzie zamkniętym-ciśnieniowym w tzw. bombie teflonowej przy zastosowaniu energii mikrofalowej.

Aparatura

- Spektrometr ICE serii 3000
lampa Zn (Hollow Cathode Lamp, Thermo Fisher Scientific)
- Mineralizator Mikrofalowy (Magnum II, ERTEC)

Odczynniki:

- kwas azotowy(V) 65% Suprapur® (Merck KGaA, Germany)
- nadtlenek wodoru 30% Suprapur® (Merck KGaA, Germany)
- roztwór certyfikowany Zn^{2+} 1 g/dm³ (Okręgowy Urząd Miar w Łodzi, Polska)

Wykonanie:

1. Przygotowanie preparatu farmaceutycznego do analizy.

- Na wadze analitycznej zważyć 3 tabletki badanego preparatu i obliczyć średnią masę jednej tabletki.
- Tabletki rozetrzeć w moździerzu i dokładnie wymieszać.
- Odważyć na wadze analitycznej w naczynku teflonowym dokładnie około 20 mg sproszkowanego preparatu, dodać 4,5 mL kwasu azotowego(V) oraz 0,5 mL nadtlenku wodoru.
- Przeprowadzić proces mineralizacji ciśnieniowej w mineralizatorze mikrofalowym w układzie zamkniętym zgodnie z procedurą.
- Pozostałość po mineralizacji przenieść do parowniczkii kwarcowej i odparować, a następnie przenieść ilościowo do kolbki o pojemności 25,0 mL i dopełnić wodą czterokrotnie destylowaną do kreski.

2. Przygotowanie roztworów wzorcowych do krzywej kalibracyjnej.

- Podstawowy roztwór wzorcowy o stężeniu 1 ppm – do kolby o pojemności 500,0 mL odmierzenie 0,5 mL certyfikowanego roztworu soli cynku i uzupełnić wodą czterokrotnie destylowaną do kreski.
- Wykorzystując podstawowy roztwór wzorcowy o stężeniu 1 ppm, sporządzić w kolbkach o pojemności 25,0 mL roztwory wzorcowe soli cynku o stężeniach: 0,1; 0,4; 0,6; 0,8 ppm. Roztwory w kolbach uzupełnić wodą czterokrotnie destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

3. Wykonanie pomiaru.

Za pomocą spektrometru ICE zmierzyć absorbancję wszystkich sporządzonych roztworów wzorcowych. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślić pięciopunktową krzywą kalibracyjną zależności $A=f(c)$.

4. Oznaczenie zawartości cynku w preparacie farmaceutycznym.

- Wykonać pomiar absorbancji otrzymanego po mineralizacji roztworu próbki.
- Jeżeli stężenie cynku w badanej próbce przekracza zakres krzywej kalibracyjnej próbkę odpowiednio rozcieńczyć wodą czterokrotnie destylowaną i poddać ponownie analizie.
- Stosując metodę krzywej kalibracyjnej obliczyć stężenie cynku w próbce. Następnie biorąc pod uwagę sposób przygotowania próbki, obliczyć zawartość cynku w badanym preparacie farmaceutycznym.