



Herausforderung

Die Bestimmung der Elemente Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Pb, Se und Zn in Körperflüssigkeiten

Lösung

Quantifizierung von Elementen mittels ZEEnit 650P

Zielpublikum

Labore in der medizinischen Diagnostik

Quantifizierung von Elementen in Körperflüssigkeiten mittels GF-AAS

Einleitung

Die Analyse von Spurenelementen wie Aluminium, Blei, Cadmium, Chrom, Eisen, Kupfer, Selen und Zink in Körperflüssigkeiten ist entscheidend für das Verständnis des Stoffwechsels, der Toxikologie und des Gesundheitszustands eines Individuums. Diese Elemente spielen sowohl essenzielle als auch schädliche Rollen im Körper. Während Eisen, Kupfer, Selen und Zink wichtige Funktionen in Enzymen und Stoffwechselprozessen übernehmen, können erhöhte Konzentrationen von Blei und Cadmium toxische Effekte hervorrufen. Die genaue Bestimmung dieser Elemente liefert wertvolle Informationen für die Diagnose von Mangelzuständen, Vergiftungen beziehungsweise zur Überwachung von therapeutischen Maßnahmen.

In diesem Zusammenhang hat die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) aufgrund ihrer hohen Robustheit, Präzision und Vielseitigkeit eine wichtige Position in der Elementanalytik eingenommen. Insbesondere die Graphitrohren-AAS (GF-AAS) stellt eine leistungsfähige Technik dar, die es ermöglicht, selbst geringste

Konzentrationen von Elementen bei minimalem Probedarfen zuverlässig zu bestimmen. Das Ziel dieser Applikationsschrift ist es, die Anwendbarkeit der GF-AAS für die Analyse von Elementen in Körperflüssigkeiten aufzuzeigen.

Im Folgenden wird die Bestimmung der Elemente Aluminium, Eisen, Kupfer, Selen und Zink in Serum beschrieben. Die für die Probenart Serum beschriebene Durchführung und die angegebenen Methodenparameter sind auch für die Matrix Plasma anwendbar. Als weitere Probenmatrix beinhaltet diese Applikationsschrift Vollblut. In dieser Körperflüssigkeit wurden Chrom, Blei und Cadmium bestimmt. In Urin wurden Cadmium und Kupfer quantifiziert. Zur Ergebnisüberprüfung wurden kommerzielle Kontrollstandards der Matrixtypen eingesetzt und die Kalibrierung mit säurestabilisierten Elementstandards bzw. mit matrixhaltigen Kalibratoren durchgeführt. Insbesondere Selen zeigt eine matrixbedingte Interferenz, weshalb für die Bestimmung dieser Elementkonzentration der Einsatz von

Kalibratoren oder das Verfahren der Additionskalibrierung nötig ist.

Das Atomabsorptionsspektrometer ZEE nit 650P ist mit einem Lampenwechsler ausgestattet, der acht Positionen für Hohlkathodenlampen (HKL) bereitstellt. Der Graphitofen mit Zeeman-Untergrundkorrektur der dritten Generation mit seinem variablen Magnetfeld bis zu einer magnetischen Flussdichte von einem Tesla ist eine ideale Technik für die Quantifizierung von Elementen im niedrigen $\mu\text{g/l}$ -Konzentrationsbereich und darunter. Die leistungsstarke Zeeman-Untergrundkorrektur ermöglicht es, ohne mathematische Modelle auf physikalischer Basis auch geringe Atomabsorptionssignale zuverlässig von der Untergrundabsorption zu trennen. Dadurch werden auch schwierige Matrices im Routinebetrieb einfach analysierbar.

Durch das variable Magnetfeld und die Auswertung im 3-Feldmodus können sehr empfindlich messbare Elemente wie z.B. Zink so abgeschwächt detektiert werden, dass deren Bestimmung auch unter üblichen Laborbedingungen ohne hohen Aufwand möglich ist.

Mit Hilfe des Probengebers AS-GF können vollautomatische Verdünnungen vor der eigentlichen Messung sowie bei Überschreitung des höchsten Kalibrierstandards durchgeführt werden. Zudem können mit diesem Probengeber die für die Kalibrierfunktion nötigen Lösungen automatisch aus einem Stockstandard angesetzt werden. Eine weitere Funktion des AS-GF ist das vollautomatische Ansetzen der Lösungen für das Standardadditionsverfahren, die automatische Dosierung der Modifizierlösung sowie die Aufstockung der Probe mit bekannter Standardkonzentration.

Material und Methoden

Kontrollstandards

- Kontrollstandard Vollblut, lyophilisiert (RECIPE, ClinChek® Level I, II, III)
- Kontrollstandard Serum (RECIPE, ClinChek® Level I, II)
- Kontrollstandard Urin (RECIPE, ClinChek® Level I, II)

Reagenzien

- Konzentrierte HNO_3 (ca. 60 %, aufgereinigt via Subboiling-Destillation)
- Tergitol™ 15-S-9, alternativ TritonX-100™
- Mg-Matrixmodifizier (10 g/l)
- Pd-Matrixmodifizier (10 g/l), alternativ bei Kontaminationsproblemen Pd-Standardlösung (1g/l)
- Ascorbinsäure (p.a.)
- Essigsäure ($\geq 95,9\%$)
- Zertifizierte Einzelelementstandards für Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Pb, Se und Zn (Analytkonzentration je 1000 mg/l)
- Kalibratoren für Vollblut, Serum und Urin (RECIPE, ClinCal®)

Probenvorbereitung

Als Verdünnungsmittel für Körperflüssigkeiten wurde eine Lösung mit 0,2 Vol% HNO_3 und 0,1 Gew% Tergitol 15-S-9 (alternativ 0,1 Gew% TritonX 100) auf Basis von Reinstwasser eingesetzt. Die angewandten Verdünnungsfaktoren sind in Tabelle 7 hinterlegt. Vollblutproben wurden um den Faktor 10 verdünnt, Serumproben um den Faktor 3 und Urin um den Faktor 2 bis 4.

Kalibrierung

Die Kalibrierung der Messung kann entweder mittels handelsüblicher, matrixangepasster Kalibratoren oder mit säurestabilisierten Elementstandardlösungen erfolgen.

Eine Ausnahme stellt Selen dar. Für diesen Analyten ist entweder der Einsatz eines Matrix-Kalibrators oder das Standardadditionsverfahren bzw. die Additionskalibrierung nötig. Bei der Additionskalibrierung dient eine Gerade einer vorangegangenen Standardaddition als Bezugsgröße für die folgenden Proben. Durch dieses Vorgehen kann auf die Aufstockungsschritte einer Standardaddition für die Folgeproben verzichtet werden. Die empfohlenen Analytkonzentrationen für die Kalibrierung sind in den Tabellen 1 bis 3 aufgeführt.

In dieser Applikationsschrift wurde als Stockstandard für die Additionskalibrierung eine Selenkonzentration von 100 $\mu\text{g/l}$ eingesetzt. Die injizierte Probenmenge einer 3-fach verdünnten Probe betrug 20 μl und das addierte Stockvolumen betrug 5-15 μl . Das Ansetzen der Kalibrierreihe sowie das Durchführen der Standardaddition bzw. Additionskalibrierung kann vollautomatisch mit dem Probengeber AS-GF erfolgen.

Die Verdünnungslösung für die Kalibrierfunktion mittels matrixangepasster Kalibratoren bestand aus 0,2 Vol% HNO_3 und 0,1 Gew% Tergitol 15-S-9 bzw. TritonX 100. Als Nullwert dient die Verdünnungslösung. Für die Kalibrierung mit säurestabilisierten Elementstandardlösungen wurde auf eine Verdünnungslösung aus 0,5 Vol% HNO_3 zurückgegriffen. 0,5 Vol% HNO_3 diente für diese Variante als Nulllösung. Wird die Kalibrierung mittels säurestabilisierter Standards durchgeführt, ist eine Blindwertkorrektur für das Verdünnungsmittel für die Proben (0,2 Vol% HNO_3 und 0,1 Gew% Tergitol 15-S-9 bzw. TritonX 100) zu testen.

Tabelle 1: Empfohlene Analytkonzentrationen der Kalibrierung für die Quantifizierung in Serum

| Standard | Konzentration [$\mu\text{g/l}$] | | | | | | |
|----------|-----------------------------------|------|------|------|------|-------|------|
| | Al* | Se* | Se** | Cu | Fe | Zn | Zn* |
| Kal. 0 | 0 | 0 | - | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Std. 1 | 26,1 | 44,0 | 25 | 12,5 | 12,5 | 6,25 | 8,5 |
| Std. 2 | | | 50 | 25,0 | 25,0 | 12,5 | 17 |
| Std. 3 | | | 75 | 37,5 | 37,5 | 18,75 | 25,5 |
| Std. 4 | | | | 50,0 | 50,0 | 25 | 34 |

* Einsatz eines Matrixkalibrators (RECIPE ClinCal®)

** Konzentration der Standardaddition (Stammlösung Stock: 100 $\mu\text{g/l}$ Se)

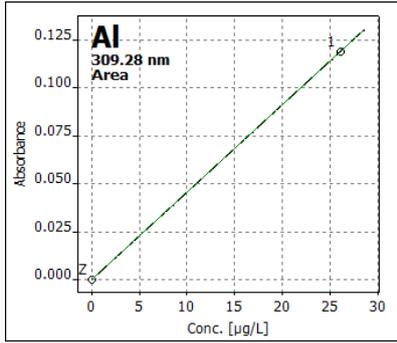
Tabelle 2: Empfohlene Analytkonzentrationen der Kalibrierung für die Quantifizierung in Vollblut

| Standard | Konzentration [$\mu\text{g/l}$] | | | | | | |
|----------|-----------------------------------|-------|-----|------|----|------|------|
| | Cd | Cd* | Cr | Cr* | Pb | Pb* | Se* |
| Kal. 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Std. 1 | 1,25 | 0,897 | 0,5 | 1,29 | 6 | 33,1 | 28,7 |
| Std. 2 | 2,5 | | 1,0 | | 12 | | |
| Std. 3 | 3,75 | | 1,5 | | 18 | | |
| Std. 4 | 5 | | 2,0 | | 24 | | |
| Std. 5 | | | 2,5 | | 30 | | |

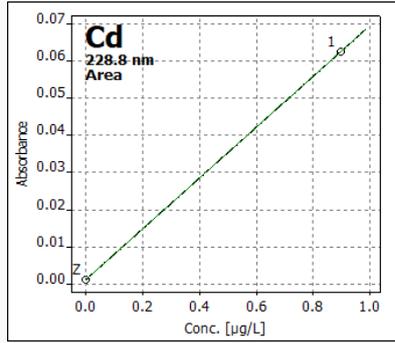
* Einsatz eines Matrixkalibrators (RECIPE ClinCal®)

Tabelle 3: Empfohlene Analytkonzentrationen der Kalibrierung für die Quantifizierung in Urin

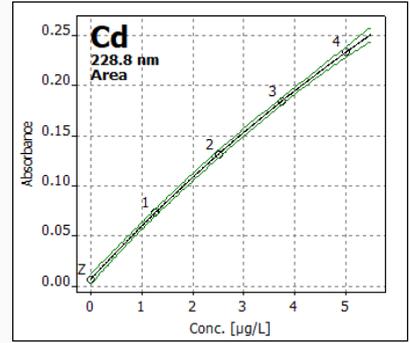
| Standard | Konzentration [$\mu\text{g/l}$] | |
|----------|-----------------------------------|------|
| | Cd | Cu |
| Kal. 0 | 0 | 0 |
| Std. 1 | 1,25 | 12,5 |
| Std. 2 | 2,5 | 25,0 |
| Std. 3 | 3,75 | 37,5 |
| Std. 4 | 5 | 50 |



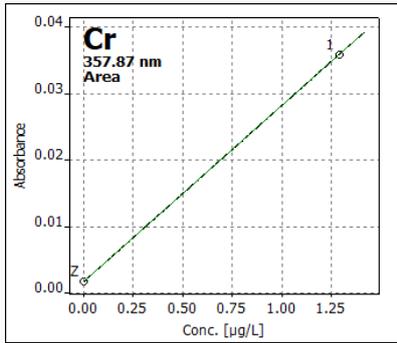
Kein Modifizier, Kalibrierung:
Serum-Kalibrator



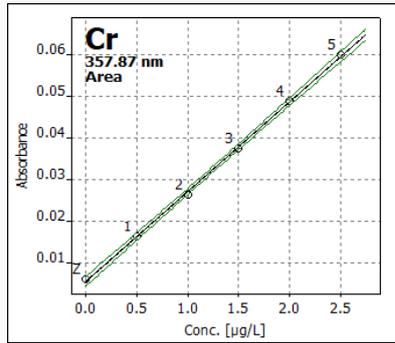
Modifizier: Pd/Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



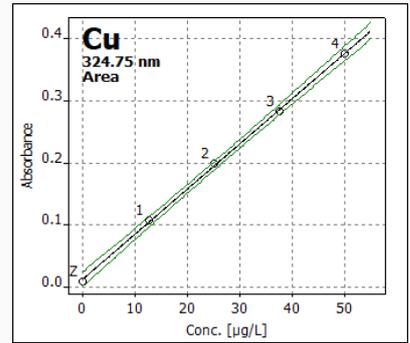
$R^2_{(adj.)}$ 0,9996 (nicht-linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



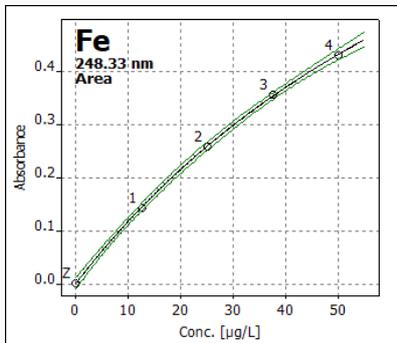
Modifizier Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



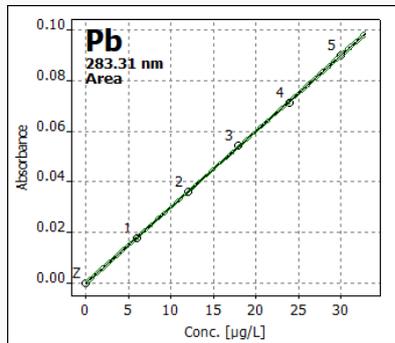
$R^2_{(adj.)}$ 0,9990 (linear), Modifizier Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



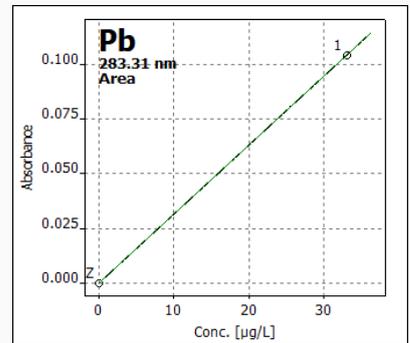
$R^2_{(adj.)}$ 0,9990 (linear), Modifizier Pd/Mg
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



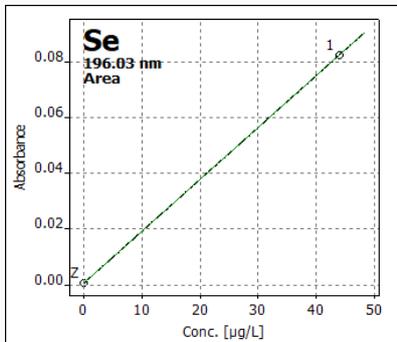
$R^2_{(adj.)}$ 0,9992 (nicht-linear), Modifizier Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



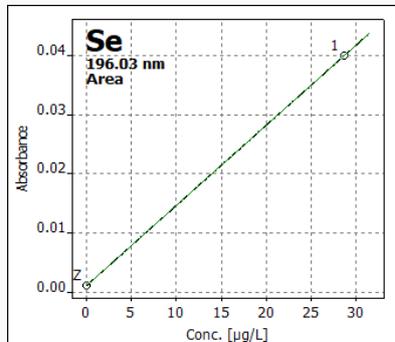
$R^2_{(adj.)}$ 0,9992 (linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



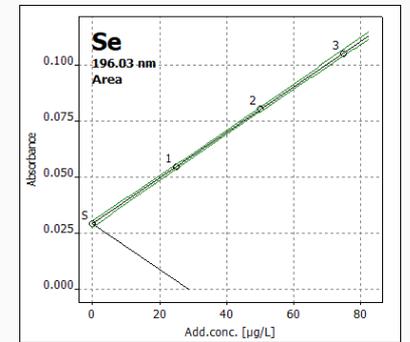
Modifizier $NH_4H_2PO_4$, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



Modifizier Pd/Mg, Kalibrierung:
Serum-Kalibrator

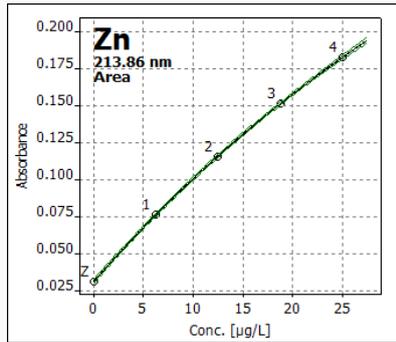


Modifizier Pd/Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator

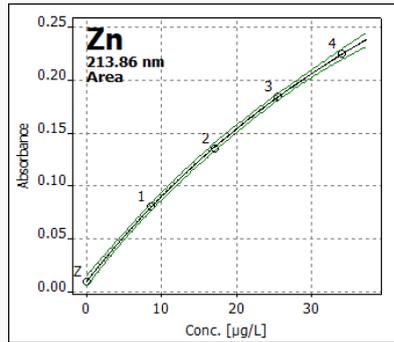


$R^2_{(adj.)}$ 0,9997 (linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: Serum-Additionskalibrierung

Abbildung 1: Typische Kalibrierfunktionen



$R^2_{(adj.)}$ 0,99993 (nicht-linear), Modifizier Pd/Mg
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



$R^2_{(adj.)}$ 0,9996 (nicht-linear), Modifizier Pd/Mg
Kalibrierung Serum-Kalibrator

Fortsetzung Abbildung 1: Typische Kalibrierfunktionen

Geräteparameter

Für die Gehaltsbestimmung der Analyten in den untersuchten Proben (Serum, Vollblut und Urin) wurde das Atomabsorptionsspektrometer ZEE nit 650P eingesetzt. Der Probengeber AS-GF kann variable Verdünnungen der Proben oder das Ansetzen der Kalibrierlösungen, des Standardadditionsverfahrens sowie die Aufstockung der Proben automatisch durchführen.

Die Gerätespezifikationen und Parameter der Messung sind in Tabelle 4 bis 6 aufgeführt.

Als Matrixmodifizier wurde Magnesiumnitrat mit einer Konzentration von 0,5 g/l sowie eine Mischung aus Palladium- und Magnesiumnitrat eingesetzt (Konzentration: 1 g/l Pd und 0,5 g/l $Mg(NO_3)_2$). Eine weitere Variante eines Matrixmodifiziers für den Analyten Pb stellt Ammoniumdihydrogenphosphat dar. In der vorgestellten Messreihe wurde eine Konzentration von 10 g/l $NH_4H_2PO_4$ eingesetzt. Die Zuordnung der Modifizierlösungen zu den Analyten ist in Abbildung 1 und Tabelle 4 hinterlegt. In der elektrothermischen AAS können leicht flüchtige Chlorverbindungen der Analyten zu einem Verlust an Signalintensität führen. Für die Quantifizierung von einigen Elementen besteht somit die Möglichkeit, dass es zu systematischen Unterschieden zwischen Kalibrierung und Proben kommt. Durch die Reduktion des Palladiummodifiziers mit Ascorbinsäure (Konzentration der Ascorbinsäurelösung: 1 g/l) kann diese Störung minimiert bis beseitigt werden. Um ein Ausfallen des Palladium(II)nitrat im Pipettierschlauch zu verhindern, wird die Trennung von Modifizierlösung und Reduktionslösung empfohlen. Diese Option kann in der Software eingestellt werden.

Tabelle 4: Allgemeine Geräte- und Methodenparameter

| Parameter | Spezifikation | |
|--------------------------|--|---|
| Gerätetyp | ZEE nit 650P | |
| Rohrtyp | PIN-Plattform | |
| Injektionsvolumen | Al: 25 µl Cd: 20 µl Cr: 25 µl Cu: 20 µl Fe: 20 µl Pb: 20 µl | Se: Kalibrator 30 µl Standardaddition 20 µl (Probe) 15 µl (Standard) Zn: 20 µl |
| Modifizier | 5 µL Injektionsvolumen | |
| | Al: keiner Cd: Pd/Mg Cr: Mg Cu: Pd/Mg | Fe: Mg Pb: $NH_4H_2PO_4$ or Pd/Mg Se: Pd/Mg Zn: Pd/Mg |
| Magnetfeld-einstellungen | 2-Feldmodus: Al: 0,8T Cd: 0,8T Cr: 0,8T Cu: 1,0T Fe: 0,8T Pb: 0,8T Se: 0,8T | 3-Feldmodus: Zn: 1,00/0,65T |
| Spüllösung | 2 Vol.-% Essigsäure; 0,05 Gew.% Tergitol™ 9-S-15 (alternativ TritonX™-100) | |

Tabelle 5: Verwendete Spektrometer- und Lampenparameter

| Element | Wellenlänge [nm] | Spalt [nm] | HKL-Stromstärke [mA] |
|---------|------------------|------------|----------------------|
| Al | 309,3 | 0,8 | 4 |
| Cd | 228,8 | 0,8 | 2 |
| Cr | 357,9 | 0,2 | 4 |
| Cu | 324,7 | 0,8 | 2 |
| Fe | 248,3 | 0,2 | 5 |
| Pb | 283,3 | 0,8 | 3 |
| Se | 196,0 | 1,2 | 5 |
| Zn | 213,8 | 0,8 | 2 |

Tabelle 6: Empfehlungen für Temperatur-Zeit-Programme der Messung mittels GF-AAS

| Element | Temperatur-Zeit-Programm | | | | | | | | |
|----------|--------------------------|---|-----------|------------|-------------|--------|--------|------|------|
| Al | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | int | Add. |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 42 | 45.3 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 13.8 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 575 | 50 | 50 | 59.3 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 575 | 0 | 18 | 18.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 1000 | 250 | 7 | 8.7 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 1000 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 2450 | 1450 | 2 | 3.0 | Stop | Stop |
| | 9 | | Clean | 2550 | 500 | 4 | 4.2 | Max | Stop |
| Serum | | | | | | | | | |
| Cd | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | int | Add. |
| | 2 | | Drying | 90 | 3 | 45 | 46.7 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 15.0 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 580 | 75 | 72 | 78.3 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 580 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 650 | 250 | 7 | 7.3 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 650 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 1700 | 1450 | 3 | 3.7 | Stop | Stop |
| | 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 5.5 | Max | Stop |
| Vollblut | | | | | | | | | |
| | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | int | Add. |
| | 2 | | Drying | 90 | 3 | 40 | 41.7 | Max | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 10 | 20.0 | Max | Stop |
| | 4 | | Ash | 570 | 75 | 30 | 36.1 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 570 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 600 | 250 | 15 | 15.1 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 600 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 1500 | 1450 | 3 | 3.6 | Stop | Stop |
| | 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 5.9 | Max | Stop |
| Urin | | | | | | | | | |

Tabelle 6 Fortsetzung: Empfehlungen für Temperatur-Zeit-Programme der Messung mittels GF-AAS

| Element | Temperatur-Zeit-Programm | | | | | | | | |
|---------|--------------------------|-------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| Cr | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | int | Add. |
| | 2 | | Drying | 90 | 3 | 45 | 46.7 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 15.0 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 580 | 75 | 72 | 78.3 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 580 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 1100 | 250 | 7 | 9.1 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 1100 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 2400 | 1450 | 4 | 4.9 | Stop | Stop |
| 9 | | Clean | 2550 | 500 | 5 | 5.3 | Max | Stop | |

Vollblut

| Cu | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
|----|------|-------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 15 | 24.2 | Max | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 15 | 18.3 | Max | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 5 | 12.5 | Max | Stop |
| | 4 | | Pyrolysis | 550 | 75 | 10 | 15.9 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 550 | 0 | 15 | 15.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 300 | 10 | 11.0 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 2250 | 1450 | 4 | 5.0 | Stop | Stop |
| 9 | | Clean | 2500 | 500 | 4 | 4.5 | Max | Stop | |

Serum

| Fe | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
|----|------|-------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 20 | 29.2 | Max | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 20 | 23.3 | Max | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 5 | 12.5 | Max | Stop |
| | 4 | | Pyrolysis | 550 | 75 | 30 | 35.9 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 550 | 0 | 15 | 15.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 300 | 15 | 16.0 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 2250 | 1450 | 4 | 5.0 | Stop | Stop |
| 9 | | Clean | 2500 | 500 | 4 | 4.5 | Max | Stop | |

Urin

| Fe | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
|----|------|-------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 15 | 24.2 | Max | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 15 | 18.3 | Max | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 5 | 12.5 | Max | Stop |
| | 4 | | Pyrolysis | 550 | 75 | 10 | 15.9 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 550 | 0 | 15 | 15.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 300 | 10 | 11.0 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 2450 | 1450 | 3 | 4.1 | Stop | Stop |
| 9 | | Clean | 2500 | 500 | 4 | 4.1 | Max | Stop | |

Serum

| Pb | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
|----|------|-------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | Min | Stop |
| | 2 | | Drying | 90 | 3 | 45 | 46.7 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 10 | 20.0 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 570 | 75 | 65 | 71.1 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 570 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 700 | 250 | 7 | 7.5 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 700 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| | 8 | | Atomize | 1700 | 1450 | 2 | 2.7 | Stop | Stop |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 5.5 | Max | Stop | |

Vollblut, Modifier: NH₄H₂PO₄

Tabelle 6 Fortsetzung: Empfehlungen für Temperatur-Zeit-Programme der Messung mittels GF-AAS

| Element | Temperatur-Zeit-Programm | | | | | | | | |
|---------|--------------------------|---------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| Pb | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | | | | | | | | int | Add. |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | Min | Stop |
| | 2 | | Drying | 90 | 3 | 45 | 46.7 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 15.0 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 570 | 75 | 65 | 71.1 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 570 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 800 | 250 | 7 | 7.9 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 800 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| 8 | | Atomize | 1950 | 1450 | 3 | 3.8 | Stop | Stop | |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 5.0 | Max | Stop | |

Vollblut, Modifizier: Pd/Mg

| | | | | | | | | | |
|----|------|---------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| Se | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | | | | | | | | int | Add. |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | Min | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 41 | 44.3 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 13.8 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 575 | 75 | 50 | 56.2 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 575 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 250 | 7 | 8.1 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| 8 | | Atomize | 2300 | 1450 | 2 | 3.0 | Stop | Stop | |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 4.3 | Max | Stop | |

Serum-Kalibrator

| | | | | | | | | | |
|---|------|---------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | | | | | | | | int | Add. |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 25 | 34.2 | Min | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 62 | 65.3 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 3 | 19 | 24.0 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 575 | 75 | 62 | 68.2 | Min | Med |
| | 5 | | Pyrolysis | 575 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 250 | 7 | 8.1 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| 8 | | Atomize | 2300 | 1450 | 2 | 3.0 | Stop | Stop | |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 4.3 | Max | Stop | |

Standardaddition

| | | | | | | | | | |
|---|------|---------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | | | | | | | | int | Add. |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 30 | 39.2 | Min | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 41 | 44.3 | Min | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 4 | 10 | 13.8 | Min | Stop |
| | 4 | | Ash | 575 | 75 | 65 | 71.2 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 575 | 0 | 17 | 17.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 850 | 250 | 7 | 8.1 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 850 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| 8 | | Atomize | 2300 | 1450 | 2 | 3.0 | Stop | Stop | |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 4.3 | Max | Stop | |

Vollblut-Kalibrator

| | | | | | | | | | |
|----|------|---------|-----------|---------------|----------------|-----------|-----------|------|------|
| Zn | Step | * | Name | Temp. [°C] | Ramp [°C/s] | Hold s | Time s | Gas | |
| | | | | | | | | int | Add. |
| | 1 | | Drying | 85 | 6 | 15 | 24.2 | Max | Stop |
| | 2 | | Drying | 95 | 3 | 15 | 18.3 | Max | Stop |
| | 3 | | Drying | 110 | 2 | 5 | 12.5 | Max | Stop |
| | 4 | | Pyrolysis | 550 | 75 | 10 | 15.9 | Min | Max |
| | 5 | | Pyrolysis | 550 | 0 | 15 | 15.0 | Max | Stop |
| | 6 | | Pyrolysis | 750 | 300 | 5 | 5.7 | Max | Stop |
| | 7 | | AZ* | 750 | 0 | 6 | 6.0 | Stop | Stop |
| 8 | | Atomize | 1850 | 1300 | 3 | 3.8 | Stop | Stop | |
| 9 | | Clean | 2450 | 500 | 4 | 5.2 | Max | Stop | |

Serum

Ergebnisse und Diskussion

Die Elemente Aluminium, Blei, Cadmium, Chrom, Eisen, Kupfer, Selen und Zink sind in der vorgestellten Applikationsschrift in Körperflüssigkeiten bestimmt worden. In Tabelle 7 sind die Ergebnisse der Messreihe für die Kontrollstandards ClinCheck®-Control (RECIPE) sowie die Angaben des Herstellers bezüglich der Sollwerte bzw. des Kontrollbereiches zu sehen. Die Angabe der Messunsicherheit der AAS-Bestimmung beruht auf der Standardabweichung der drei Wiederholungsmessungen.

Tabelle 7: Messergebnisse der Gehaltsbestimmung der Analyten in Kontrollproben von Serum, Vollblut und Urin

| Probe | Element | Verdünnungs- faktor | Einheit | Messwert und Standard- abweichung (\pm SD*) | | Sollwert und Kontrollbereich | |
|--------------------|---------|------------------------|-----------|---|-------------|------------------------------|---------------|
| Serum Level I | Al | 3 | μ g/l | 16,8 | \pm 0,65 | 16,9 | 11,8 - 21,9 |
| | Cu | 50 | mg/l | 0,784 | \pm 0,007 | 0,841 | 0,715 - 0,967 |
| | Fe | 50 | mg/l | 0,768 | \pm 0,002 | 0,777 | 0,666 - 0,893 |
| | Se | 3 | μ g/l | 55,0 | \pm 2,6 | 54,8 | 43,9 - 65,8 |
| | Zn | 100 | mg/l | 1,55 | \pm 0,02 | 1,55 | 1,32 - 1,78 |
| Serum Level II | Al | 3 | μ g/l | 58,2 | \pm 0,26 | 58,6 | 43,9 - 73,2 |
| | Cu | 50 | mg/l | 1,28 | \pm 0,02 | 1,39 | 1,18 - 1,60 |
| | Fe | 50 | mg/l | 1,13 | \pm 0,01 | 1,13 | 0,959 - 1,30 |
| | Se | 3 | μ g/l | 112 | \pm 3,4 | 110 | 88,0 - 132 |
| | Zn | 100 | mg/l | 2,03 | \pm 0,01 | 1,92 | 1,63 - 2,21 |
| Vollblut Level I | Cd | 10 | μ g/l | 1,54 | \pm 0,11 | 1,46 | 1,09 - 1,82 |
| | Cr | 10 | μ g/l | 2,73 | \pm 0,02 | 2,40 | 1,68 - 3,11 |
| | Pb | 10 | μ g/l | 31,7 | \pm 0,02 | 34,0 | 27,2 - 40,7 |
| | Se | 10 | μ g/l | 83,2 | \pm 3,7 | 85,6 | 68,5 - 103 |
| Vollblut Level II | Cd | 10 | μ g/l | 3,51 | \pm 0,18 | 3,44 | 2,75 - 4,12 |
| | Cr | 10 | μ g/l | 5,69 | \pm 0,07 | 5,57 | 4,18 - 6,96 |
| | Pb | 10 | μ g/l | 87,3 | \pm 1,3 | 91,1 | 72,9 - 109 |
| | Se | 10 | μ g/l | 167,4 | \pm 16 | 162 | 130 - 195 |
| Vollblut Level III | Cd | 10 | μ g/l | 6,73 | \pm 0,05 | 6,68 | 5,35 - 8,02 |
| | Cr | 10 | μ g/l | 10,1 | \pm 0,05 | 10,6 | 8,47 - 12,7 |
| | Pb | 10 | μ g/l | 234 | \pm 5,0 | 251 | 201 - 302 |
| | Se | 10 | μ g/l | 204 | \pm 8,9 | 204 | 164 - 254 |
| Urin Level I | Cd | 2 | μ g/l | 2,65 | \pm 0,03 | 2,46 | 1,97 - 2,95 |
| | Cu | 2 | μ g/l | 37,2 | \pm 0,12 | 36,7 | 29,0 - 44,1 |
| Urin Level II | Cd | 4 | μ g/l | 15,4 | \pm 0,08 | 14,4 | 11,5 - 17,2 |
| | Cu | 2 | μ g/l | 88,7 | \pm 0,038 | 91,9 | 73,5 - 110 |

* SD: Standardabweichung von drei Messwiederholungen

Zusammenfassung

Eine kostengünstige Analyse der Elemente Aluminium, Blei, Cadmium, Chrom, Eisen, Kupfer, Selen und Zink in medizinischen Proben unter Verwendung des Atomabsorptionsspektrometers ZEE nit 650P mit elektrothermischer Atomisierung im Graphitrohrföfen ist einfach und anwenderfreundlich durchführbar. Der Zeeman-Ofen der dritten Generation ermöglicht nicht nur eine präzise Messung der Analyten auch bei hohem Untergrundsignal, es besteht zudem die Möglichkeit sehr empfindliche Analytmessungen so abzuschwächen, dass Quantifizierungen unter gängigen Laborbedingungen unkompliziert durchzuführen sind. Eine komfortable und automatische Probenhandhabung ist durch den Probengeber AS-GF gewährleistet.



Abbildung 2: ZEE nit 650P

Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 8: Übersicht benötigter Geräte, Zubehöre und Verbrauchsmaterialien

| Artikel | Artikelnummer | Beschreibung |
|---------------------------|---------------|---|
| ZEE nit 650P | 813-0650P-2-K | Graphitöfen AAS mit Zeeman-Untergrundkorrektur |
| Kühlmobil | 810-60053-0 | Kühler, 50 Hz - Softwaregesteuertes Kühlsystem |
| Graphitrohr mit Plattform | 407-152.314 | Z-Graphitrohr PIN-Plattform, pyrolytisch beschichtet (10 Stück) |
| Probengefäß 5 ml | 407-230.073 | Probengefäß für Reagenzien aus Polypropylen (5 ml), 10 Stück |
| Probengefäße 1,5 ml | 407-218.852 | Probengefäße aus Polystyrol (1,5 ml), 1000 Stück |
| Al-HKL | 480-450.001C | Hohlkathodenlampe Aluminium (Al) mit RFID-Chip |
| Cd-HKL | 480-450.008C | Hohlkathodenlampe Cadmium (Cd) mit RFID-Chip |
| Cr-HKL | 480-450.012C | Hohlkathodenlampe Chrom (Cr) mit RFID-Chip |
| Cu-HKL | 480-450.014C | Hohlkathodenlampe Kupfer (Cu) mit RFID-Chip |
| Fe-HKL | 480-450.026C | Hohlkathodenlampe Eisen (Fe) mit RFID-Chip |
| Pb-HKL | 480-450.028C | Hohlkathodenlampe Blei (Pb) mit RFID-Chip |
| Se-HKL | 480-450.049C | Hohlkathodenlampe Selen (Se) mit RFID-Chip |
| Zn-HKL | 480-450.067C | Hohlkathodenlampe Zink (Zn) mit RFID-Chip |

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.

Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

Version 1.0 · Autor: HoSi
de · 11/2024

© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bild S. 1 ©: Pixabay/
AhmadArdity