

## 原子吸收光谱

作者

Lee Davidowski, Ph.D.

PerkinElmer, Inc.  
Shelton, CT 06484 USA

## 应用中使用纵向塞曼背景校正技术横向加热石墨炉原子吸收光谱测定血清中的铝

### 前言

血清中铝(Al)的测定是客户验证应用时实验室的常规检测项目。石墨炉原子吸收光谱法(GFAAS)是客户验证测定血清中铝技术中少有的能够满足临床灵敏度动态范围要求的常规技术之一。在使用GFAAS测定血清中铝含量时,分析人员必须要考虑到以下几个影响分析结果的因素:血清基体中含有的有机碳水化合物和

相当数量的无机盐成分都会对GFAAS测定的准确性造成干扰,这就意味着检测时必须考虑减少这些干扰;此外,铝也是在样品前处理过程中容易由外部带入污染的元素,因此在分析前,应尽可能的减少实验操作人员对样品的前处理,以减少样品被污染的机会和降低污染的程度。

本研究将介绍了一种直接分析血清中铝的简单方法。该方法使用水溶液标准配置校准曲线,使用纵向塞曼背景校正技术、横向加热、等温平台石墨炉技术,样品用量少,能够满足较大浓度范围的血清样品测试,而且将实验人员与样品接触的几率降到了最低。

## 实验部分

### 试剂

样品稀释剂/基体改进剂混合溶液含有0.1%的硝酸（体积比）、0.01%的Triton X-100，以及0.2%的 $Mg(NO_3)_2$ 。混合溶液使用ASTM® I类水(18M $\Omega$ )、1%  $Mg(NO_3)_2$  基体改进剂 (Part No. B0190634)、Triton® X-100非离子型洗涤剂(Part No. N9300260)配制而成。仪器校准曲线标准溶液由铝标准储备液配制得到 ((PerkinElmer 铝(Al) 单元素高纯标准溶液, Part No. N9300184))。双浓度微量元素冻干血清比对样品 (UTAK®实验室, 加利福尼亚州瓦伦西亚)。

### 仪器条件

本研究中所有的实验检测都采用PerkinElmer® PinAAcle™ 900T火焰和纵向塞曼石墨炉原子吸收光谱仪 (图1)。该仪器配置了横向加热石墨炉和纵向塞曼效应背景校正。实验所有的分析都使用THGA标准石墨管 (Part No. B0504033)。原子吸收光谱仪配有AS 900自动进样器和2.5mL聚丙烯自动进样器样品杯(Part No. B3001566)。仪器操作软件使用WinLab32™, 计算机操作系统为Microsoft® Windows® 7。



图1. 配置AS 900石墨炉自动进样器的PinAAcle 900T原子吸收光谱仪

石墨管的设计对铝元素测定的灵敏度和稳定性都起着非常重要的作用。铝会以稳定的氧化物形式挥发，由于挥发时的气相温度较低，因此在没有等温平台的石墨管中进行原子化时部分铝会以氧化物的形式损失，而使用平台原子化时，这种因为加热不均匀导致的损失降到了最低，因而使得原子化效率提高了3倍。此外，专利设计的

横向加热石墨管能够保证整个管长温度传导的一致，不仅确保灵敏度最大，而且消除了在没有使用横向加热石墨管时由于两端温度相对较低造成气相物质在两端重新结合而产生的干扰。

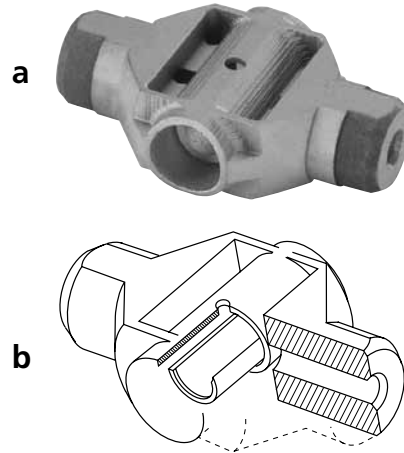


图2. a) 集成了L'vov平台的标准横向加热石墨管 (THGA); b) THGA管截面图。

集成了独特平台的THGA管 (图2) 由单块石墨加工而成，并经过热解涂层，从而保证了石墨管的最佳性能和寿命。

### 样品分析

将购买的双浓度冻干血清比对物质按照生产商的说明用实验室去离子水复原。因此，质控样品的处理采用和其他病人血清样品同样的处理方法，用移液器取1mL血清到洗净的自动进样器进样杯中，然后加入1mL稀释剂/基体改进剂混合溶液，这样得到1:1稀释的血清溶液。用移液器反复吹吸直至溶液混合均匀。按同样方法，将1mL去离子水和1mL稀释剂/基体改进剂混匀得到“稀释剂空白”。铝标准溶液用含有50%稀释剂/基体改进剂混合溶液的100  $\mu g/L$  铝标准储备液稀释得到。用不同体积的稀释剂空白溶液将100  $\mu g/L$  铝标准储备液分别稀释成100, 50和25  $\mu g/L$  3个浓度，仪器测定后得到多点校正曲线 (图3)。

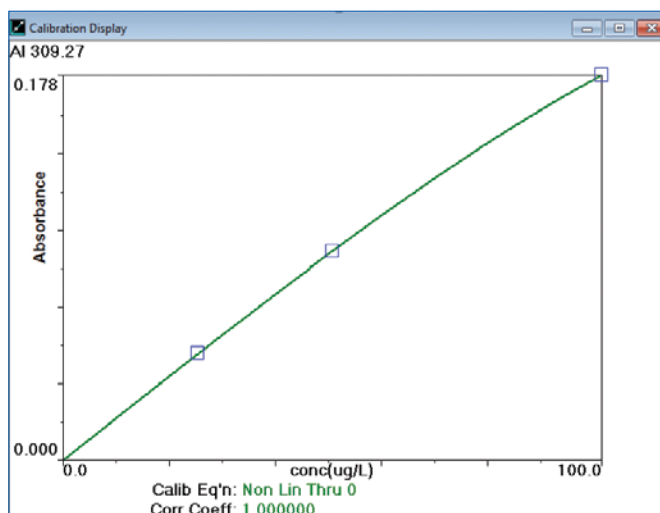


图3. 血清中铝测定校准曲线(峰面积) (Abs-sec)

仪器参数设置和石墨炉升温程序分别见表1和表2。考虑到1+1血清样品在石墨管中干燥时，其基体会对干燥温度和时间提出较高要求，因此在本研究中升温程序采用3步干燥。Triton® X-100有助于塑料进样针释放血清后没有残留，保证进样针的清洁和结果的重现性。PinAAcle 900T的TubeView™石墨炉摄像头（图4）能够很好的帮助检查进样针的位置和优化干燥时间和温度。

| 组件/参数      | 类型/数值/模式                            |
|------------|-------------------------------------|
| 波长(nm)     | 309.27                              |
| 光源灯(电流)    | Al 空心阴极灯(25 mA) (Part No. N3050103) |
| 狭缝宽度(nm)   | 0.7                                 |
| 背景校正       | 纵向交流塞曼效应                            |
| 测量模式       | 峰面积, 重复3次                           |
| 校准算法       | 非线性过零点                              |
| 积分时间(s)    | 5.0                                 |
| 进样体积(μL)   | 12                                  |
| 标准系列(μg/L) | 25, 50, 100                         |
| THGA       | 标准THGA管                             |

| 步骤 | 温度<br>(°C) | 升温<br>时间<br>(sec) | 保持<br>时间<br>(sec) | 氩气<br>流量<br>(mL/min) |     |
|----|------------|-------------------|-------------------|----------------------|-----|
| 1  | 干燥         | 120               | 1                 | 10                   | 250 |
| 2  | 干燥         | 140               | 5                 | 10                   | 250 |
| 3  | 干燥         | 200               | 5                 | 5                    | 250 |
| 4  | 灰化         | 1200              | 5                 | 15                   | 250 |
| 5  | 原子化        | 2300              | 0                 | 5                    | 0   |
| 6  | 除杂         | 2450              | 1                 | 3                    | 250 |

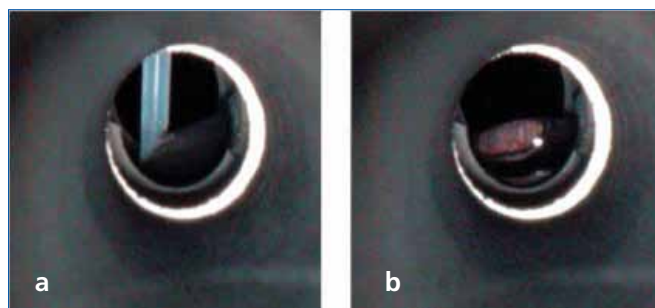


图4. TubeView石墨炉摄像头捕捉到的AS 900进样针在石墨管中释放样品的图像

## 结果

特征质量 (M0) 可以被定义为一个方法的灵敏度，即被注入到石墨炉中的元素产生背景校正信号为0.0044 Abs.sec的质量。实验发现铝的特征质量是29pg，这与仪器生产厂商推荐的M0值31pg非常吻合。与水标准溶液相比，由于血清基体组成不同，因此在原子信号出现的时间和峰型上存在有细微差别（图5）。然而在使用恒温平台石墨炉(STPF)时这就不是一个问题，因为在这种情况下，是对峰面积进行处理，这样整个铝信号都被测定和定量，而与出峰时间和峰型无关。这种定量方法被用于所有的被分析物和样品。

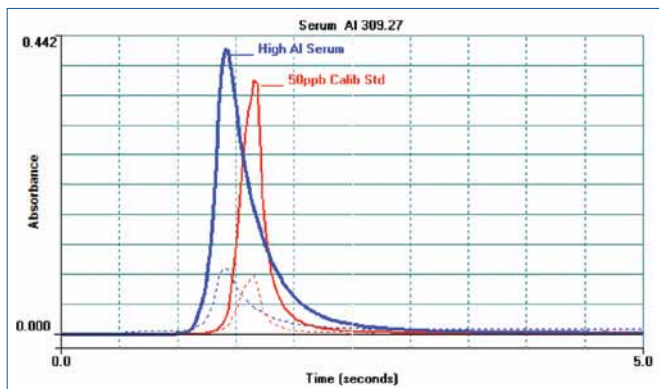


图5. 实线代表50  $\mu\text{g/L}$  Al标准溶液 (红色) 和高浓度血清指控样品的原子吸收信号图 (蓝色)。虚线代表背景吸收信号。

血清样品分析的结果列于表3。表中浓度值为按稀释倍数折算后的最终结果。血清质控样品的检测结果与推荐值非常吻合。由于使用恒温平台石墨炉原理的平台原子化和适当的基体改进剂，因此使用简单的水溶液标准系列就能够完成对血清样品中铝的检测。由表3可见，标准偏差和相对标准偏差(%RSD)表明1+1血清溶液具有较好的重现性。根据一般浓度的血清样品和/或稀释剂空白测定结果的标准偏差，本方法对血清中铝的检出限小于 $1 \mu\text{g/L}$  ( $<0.04 \mu\text{mol/L}$ )。

表3. 血清中铝含量的最终检测值

| 样品号   | 验证值 | 推荐浓度范围    | 实验平均值 | 标准偏差 | %相对标准偏差 |
|-------|-----|-----------|-------|------|---------|
| 一般浓度  | 12  | 7.2 -16.8 | 11.1  | 0.4  | 3.6%    |
| 高浓度   | 176 | 141 -211  | 198   | 3    | 1.6%    |
| 稀释剂空白 |     |           | 0.52  | 0.03 |         |

## 结论

本研究通过使用PinAAcle 900T原子吸收光谱仪、水标准溶液、1+1样品稀释方法等成功建立起了测定血清中铝的方法。双浓度的血清质控样品检测结果表明该方法简单、可信、准确和精确。样品前处理步骤的减少将样品被污染的概率和样品前处理时间都降到了最低。本方法线性范围广，检出限远低于血清中铝的一般含量。通过采用最新的恒温平台石墨炉(STPF)技术和先进的横向加热石墨管，极好的克服了化学干扰，使得能够进行更快，更简单的直接校准。PinAAcle 900T原子吸收光谱仪完全能够满足临床客户验证应用中测定血清中的铝含量的要求。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器(上海)有限公司  
 地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号  
 邮编: 201203  
 电话: 800 820 5046 或 021-38769510  
 传真: 021-50791316  
[www.perkinelmer.com.cn](http://www.perkinelmer.com.cn)



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。