



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 Graphitrohrfen-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)

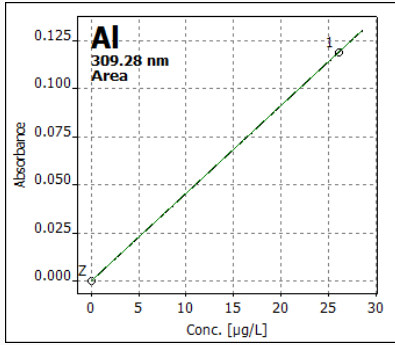
Tabelle 2: Empfohlene Analytkonzentrationen der Kalibrierung für die Quantifizierung in Vollblut

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		

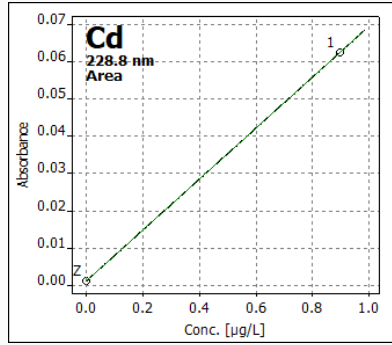
* Einsatz eines Matrixkalibrators (RECIPE ClinCal®)

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

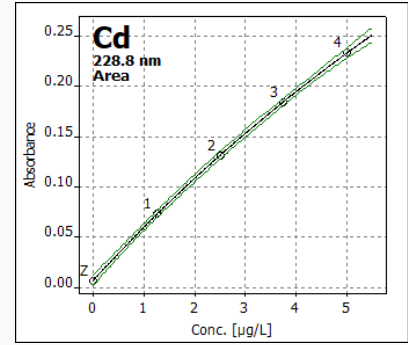
Standard	Konzentration [$\mu\text{g/l}$]	
	Cd	Cu
Kal. 0	0	0
Std. 1	1,25	12,5
Std. 2	2,5	25,0
Std. 3	3,75	37,5
Std. 4	5	50



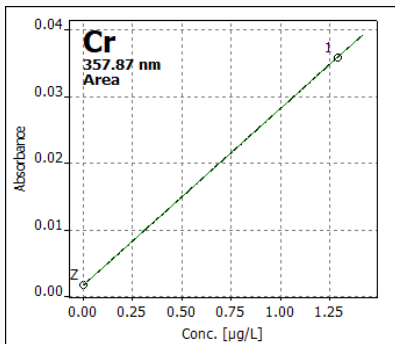
Kein Modifizier, Kalibrierung:
Serum-Kalibrator



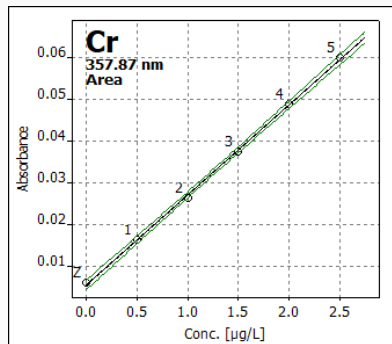
Modifizier: Pd/Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



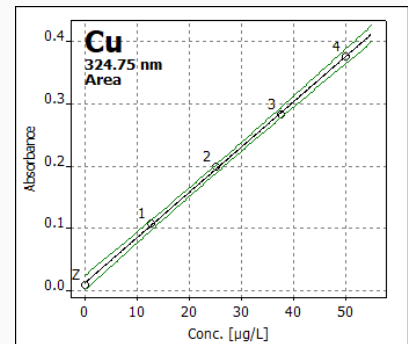
$R^2_{(adj.)}$ 0,9996 (nicht-linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



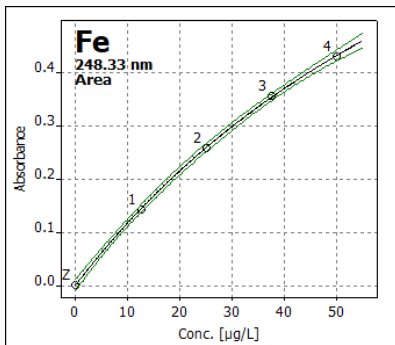
Modifizier Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



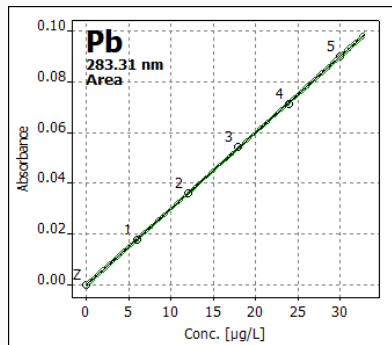
$R^2_{(adj.)}$ 0,9990 (linear), Modifizier Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



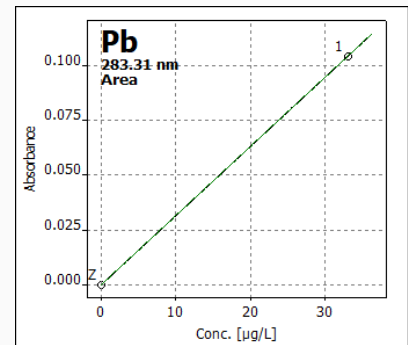
$R^2_{(adj.)}$ 0,9990 (linear), Modifizier Pd/Mg
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



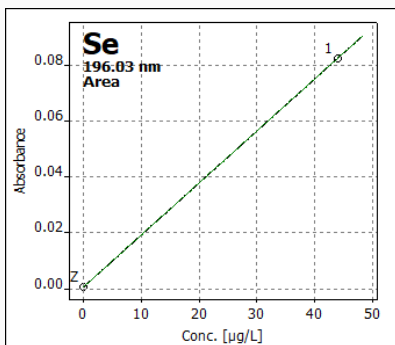
$R^2_{(adj.)}$ 0,9992 (nicht-linear), Modifizier Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



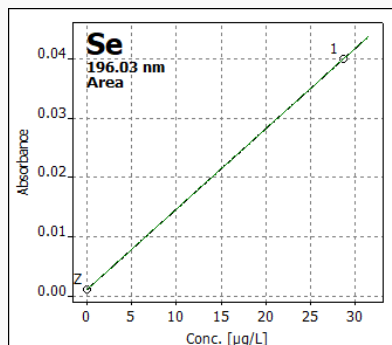
$R^2_{(adj.)}$ 0,9992 (linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: säurestabilisierter Standard



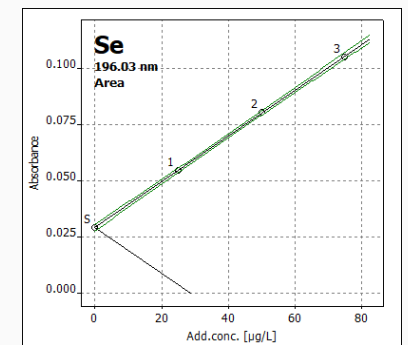
Modifizier $NH_4H_2PO_4$, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator



Modifizier Pd/Mg, Kalibrierung:
Serum-Kalibrator

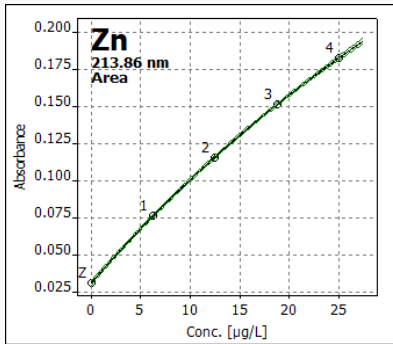


Modifizier Pd/Mg, Kalibrierung:
Vollblut-Kalibrator

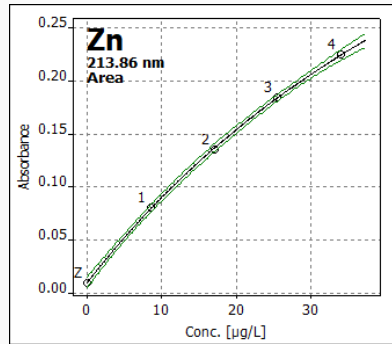


$R^2_{(adj.)}$ 0,9997 (linear), Modifizier Pd/Mg,
Kalibrierung: Serum-Additionskalibrierung

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 ZEEnit 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	ZEEnit 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	
								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	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	
								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	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	
								int	Add.
	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

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	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	

Serum

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	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