

石墨炉原子吸收法直接测定全血、尿中的金属元素——铅

引言

铅对人体是有害元素，直接影响人体健康，特别是对儿童的中枢神经系统毒性更大。现在血铅和尿铅的分析方法非常多，用石墨炉原子吸收光谱法是较完善的方法，但积碳和氯离子的干扰会使结果偏低。

本方法采用稀释剂稀释，PE AA600/800 原子吸收光谱仪直接测定，铈和硝酸镁作为基体改进剂，同时在石墨炉干燥和灰化阶段，加入一步辅助气技术，消除积碳等干扰，直接测定全血、尿中的铅等杂质元素。

实验结果表明：该方法无论在灵敏度、分析速度、准确度和操作等方面，都可以获得非常满意的结果。

仪器

使用 PerkinElmer AAnalyst600/800 原子吸收光谱仪，配以 AS800 自动进样器和 PerkinElmer 专用石墨管，WinLab32 for AA 软件，通辅助气程序，消除有机物等的干扰。铅为空心阴极灯。



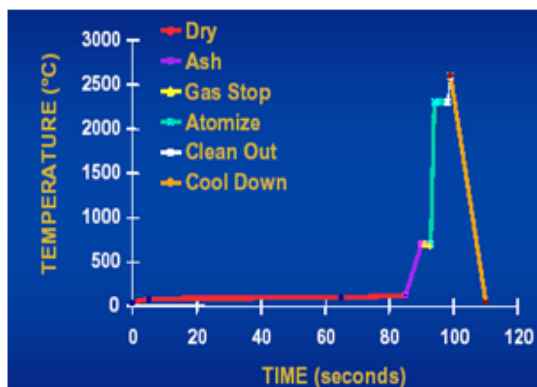
作者

PerkinElmer, Inc.

原理

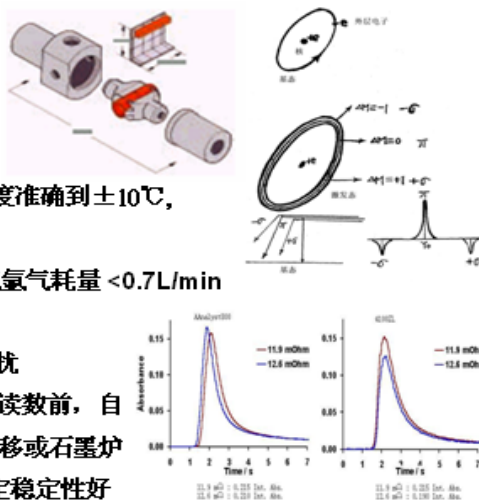
样品经预稀释自动进样器进样后,在石墨管中通过干燥、碳化、灰化、原子化等步骤,使样品蒸发离解形成原子蒸气,对来自光源的特征电磁辐射产生吸收,通过测得的样品吸光度和标准吸光度进行比较,得到样品中被测元素的含量。

优点:无需消化,可以直接分析血制品、尿样中的重金属等。检出限低ppb级,所需样品量少等。



特点

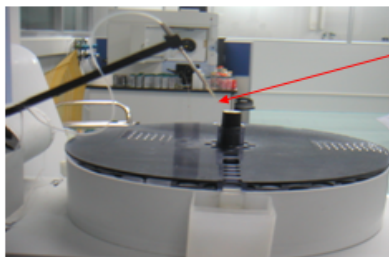
1. THGA(横向加热)石墨炉
2. 专利的纵向交流zeeman效应背景校正
3. 新型内置直流ASCOM石墨炉电源
4. 气动式锁紧石墨管,石墨管损坏自动报警
5. 专利的TTC(真实温度控制)技术,石墨炉温度准确到 $\pm 10^{\circ}\text{C}$,重现性好
6. 管内外气流分开,原子化阶段内管自动停气氢气耗量 $< 0.7\text{L/min}$
7. 自动节气停水技术
8. 独特的通辅助气技术,消除有机物等的干扰
9. 专利的BOC(自动基线调零)技术,每次测定读数前,自动进行零点漂移校正,克服由于灯、电路漂移或石墨炉两边石英窗变脏引起的零点变化,长时间测定稳定性好



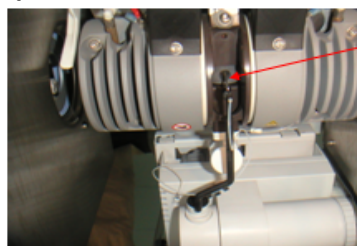
准备

石墨炉分析

- a) 特征质量
- b) 灵敏度检查
- c) 基体改进剂配制
- d) 进样针调节
- e) 仪器推荐条件
- f) STPF



约 45° , 斜口朝外,
长约0.8cm



斜口尽量与石墨管内口相切
进样针在直径方向上约进入
(6~7)/10



样品制备

1、血样：

准确取1mL血样(最少用量0.1mL)，用稀释剂稀释至10mL(最少用量1mL)，

超声混匀，待测

2、尿样

准确称取或吸取1mL尿样，用稀释剂稀释至5mL，混匀，待测

优点：1、减少消解过程中引入的试剂空白、器皿污染等

2、无需消解，时间短，工作效率高



分析条件和结果

1、全血中铅的分析条件和结果

1.1、铅分析条件

WinLab32 AA Furnace - 推荐条件

文件(F) 编辑(E) 工具(T) 分析(A) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)

方法: 无标题 试样信息: 无标题

推荐条件

元素: Pb (Lead)

设置数据

波长 (nm)	283.3
小狭缝 (nm)	0.7
再吸收 (abs)	1.50
温度 (°C)	高温分解 .. 850 原子化 .. 1600
原子化位置	Pyro/Platform
化学改进剂	0.050 mg NH ₄ H ₂ PO ₄ + 0.003 mg Mg(NO ₃) ₂

性能检查

特征质量	典型的 ... 30 pg/0.0044 A-s
灵敏度检查	50 ug/L for 0.15 A-s

数据 备注

% Modifier = (? mg)(100) / (5 µL)

For the analysis of As with Pd:

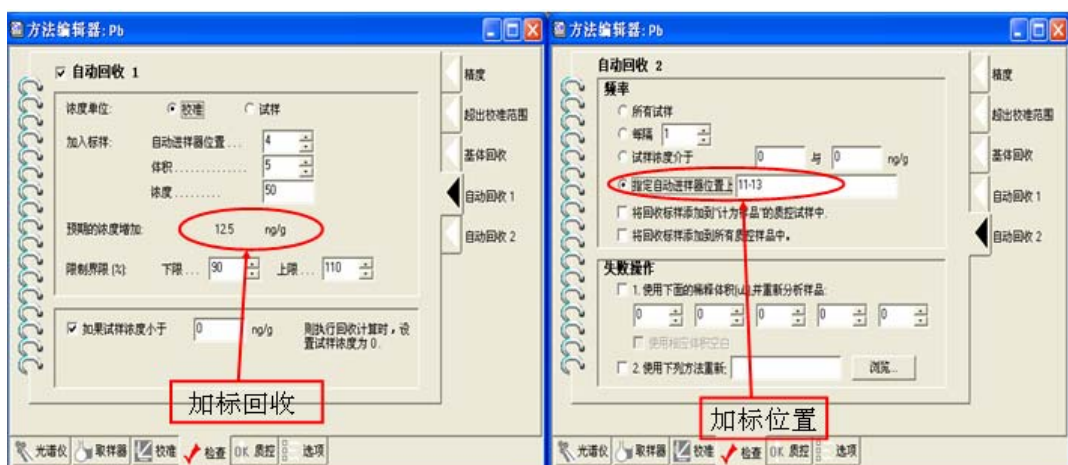
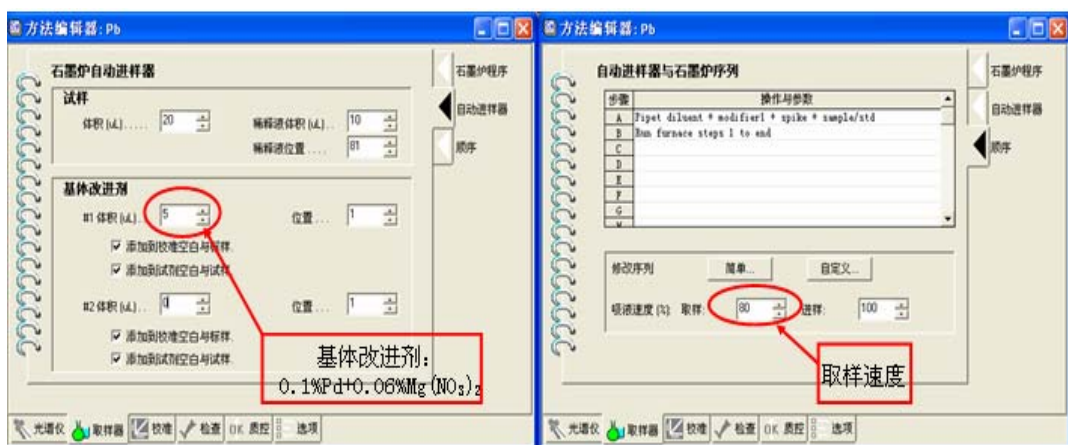
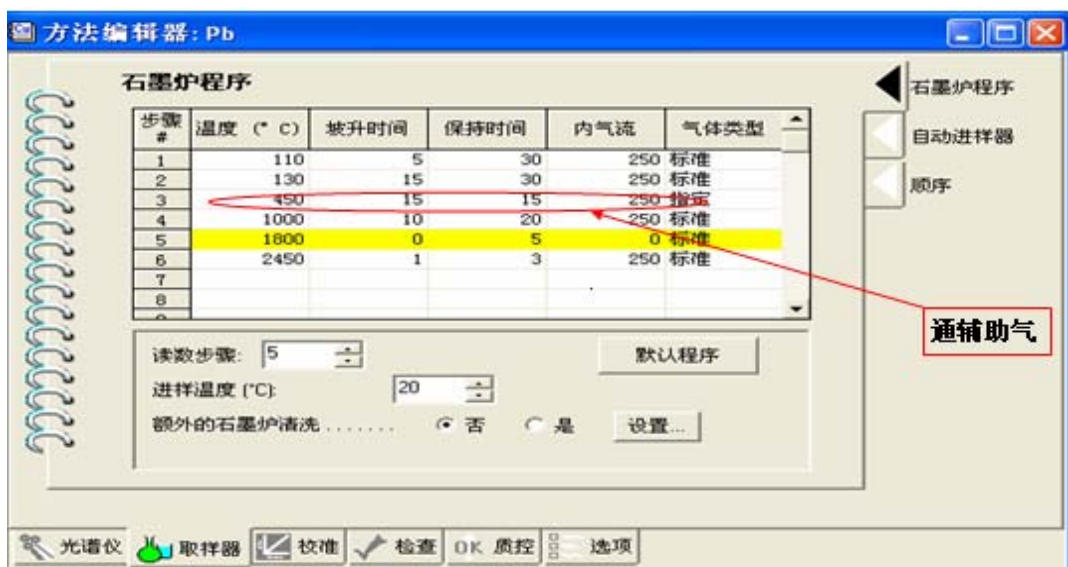
% Modifier = (0.005 mg)(100)/(5 µL) = 0.1% Pd

推荐条件

元素: Pb (Lead)

1. 稀释剂: 0.2% 硝酸
2. 由于这一元素重大的污染问题可能发生
3. 无电极放电管灯使用未获得这些数据
4. 使用217.0 nm线, 在大约0.5 A之上, 汞灯污染可能发生
5. 维持原子化时间: 30s
6. 用 50 pg的特征质量, 30.005 mg Pd + 0.003 mg Mg(NO₃)₂ 的修饰剂允许1000 °C的热解温度. 用这一修饰剂, 更微的1900 °C的雾化温度是必需的.
7. 在上述的条件之下, 可能会导致特征质量有+/- 20%的变化.
8. 当使用带堵头的管子时, 特征质量是 21 pg/0.0044 A-s.

打印

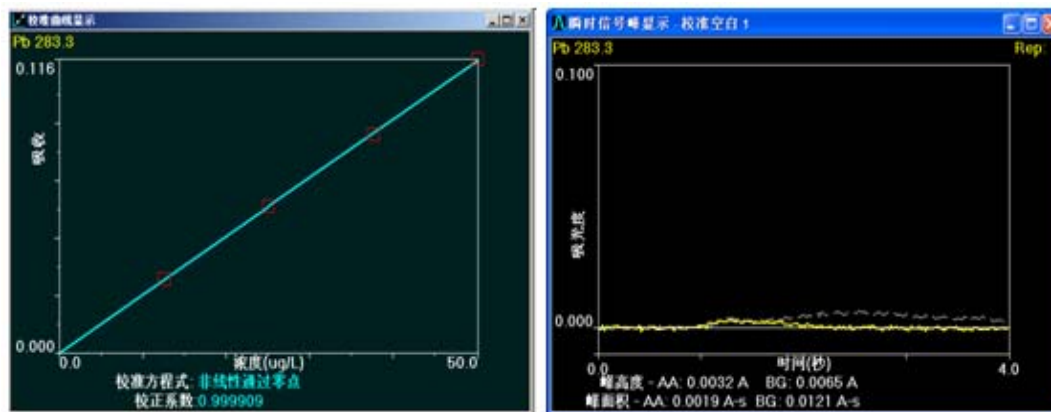


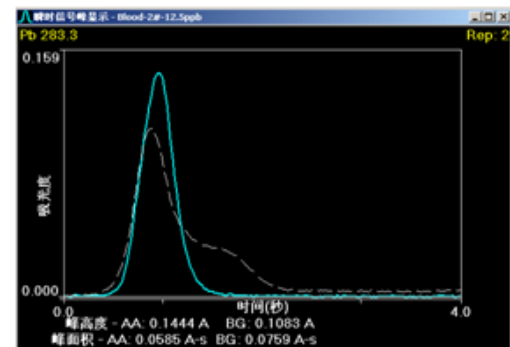
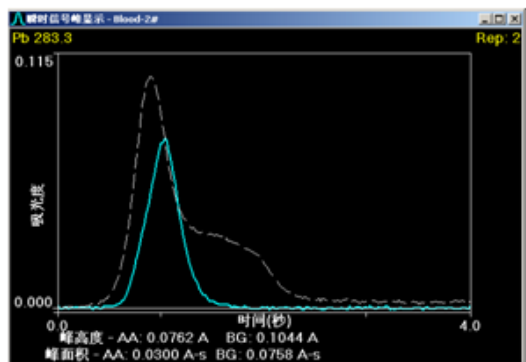
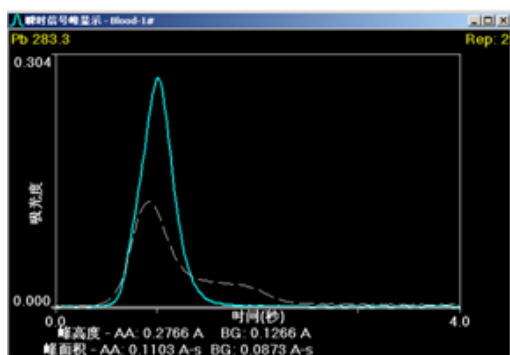
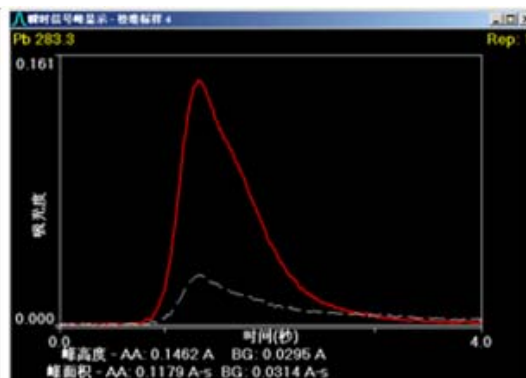
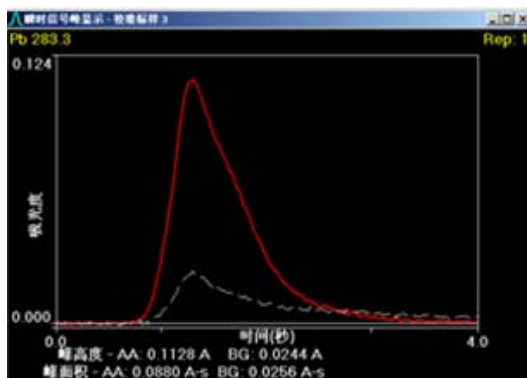
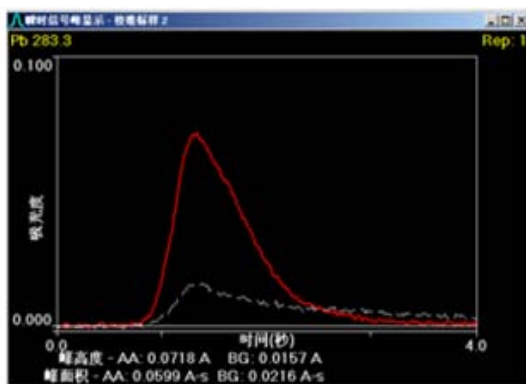
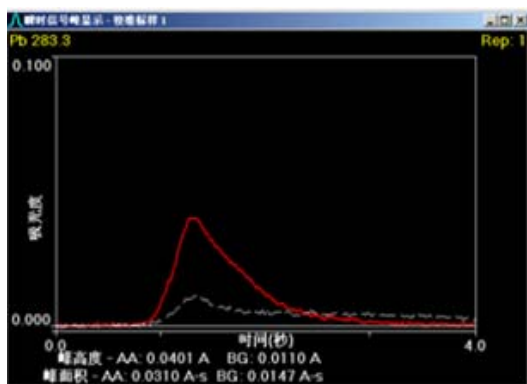


1.2 铅结果

1.2.1 全血铅图谱和结果

1.2.1.1 全血铅图谱





$46.5 \times 10 = 465 \text{ ppb in Blood}$

$12.0 \times 10 = 120 \text{ ppb in Blood}$

$24.5 \text{ ppb in Blood} + 12.5 \text{ ppb}$

1.2.1.2 全血铅结果

2.3 结果

Pb 283.3

方程式的校准数据: 非线性通过零点

名称	信号均值 (Abs)	输入 浓度 ug/L	计算 浓度 ug/L	标样	偏差	%RSD
校准空白 1	0.0000	0	0.000	----	----	
校准标样 1	0.0291	12.5	12.527	----	----	
校准标样 2	0.0580	25.0	25.014	----	----	
校准标样 3	0.0861	37.5	37.214	----	----	
校准标样 4	0.1160	50.0	50.243	----	----	

相关系数: 0.999909 斜率: 0.00233 截距: 0.00000

序列号: 6

自动取样器位置: 2

试样名称: Std-25ppb

数据收集日期: 2006-7-21 16:52:50

分析物:

数据类型: 再处理 2006-7-21 18:30:11

试样初始重量:

试样初始体积:

稀释:

制备试样体积:

重复测定数据: Std-25ppb

重复测定	试样浓度	标样浓度	空白校正	峰	峰	背景	背景	时间	峰
#	ug/L	ug/L	信号	面积	高度	面积	高度		存储
1	24.5	24.5	0.0568	0.0587	0.0734	0.0198	0.0143	16:53:47	No

序列号: 7

自动取样器位置: 11

试样名称: Blood-1#

数据收集日期: 2006-7-21 16:57:36

分析物:

数据类型: 再处理 2006-7-21 18:30:11

试样初始重量:

试样初始体积:

稀释: 10X

制备试样体积:

重复测定数据: Blood-1#

重复测定	试样浓度	标样浓度	空白校正	峰	峰	背景	背景	时间	峰
#	ug/L	ug/L	信号	面积	高度	面积	高度		存储
1	465	46.5	0.1074	0.1093	0.2482	0.0905	0.1173	17:01:25	No
2	469	46.9	0.1084	0.1103	0.2766	0.0873	0.1266	17:04:36	No
均值:	467	46.7	0.1079						
SD:	3.02	0.302	0.0007						
%RSD:	0.647	0.647	0.64						

结果

2.3

结果

序列号: 9
试样名称: Blood-2#
分析物:
试样初始重量:
稀释:

自动取样器位置: 12
数据收集日期: 2006-7-21 17:06:33
数据类型: 再处理 2006-7-21 18:30:11
试样初始体积:
制备试样体积:

重复测定数据: Blood-2#									
重复测定	试样浓度	标样浓度	空白校正	峰	峰	背景	背景	时间	峰
#	ug/L	ug/L	信号	面积	高度	面积	高度		存储
1	12.0	12.0	0.0278	0.0297	0.0705	0.0789	0.1019	17:07:27	No
2	12.1	12.1	0.0281	0.0300	0.0762	0.0758	0.1044	17:10:18	No
均值:	12.0	12.0	0.0280						
SD:	0.110	0.110	0.0003						
%RSD:	0.917	0.917	0.92						

序列号: 10
试样名称: Blood-2#-12.5ppb
分析物:
试样初始重量:
稀释:

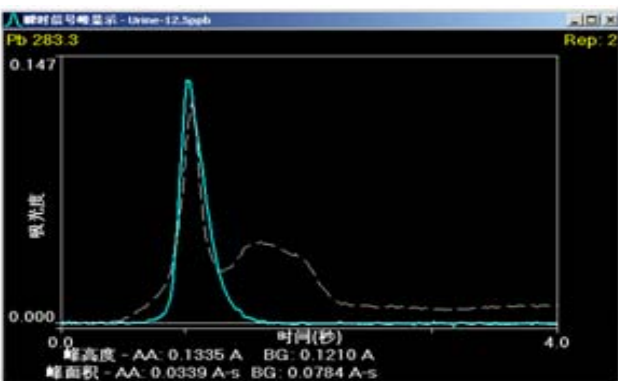
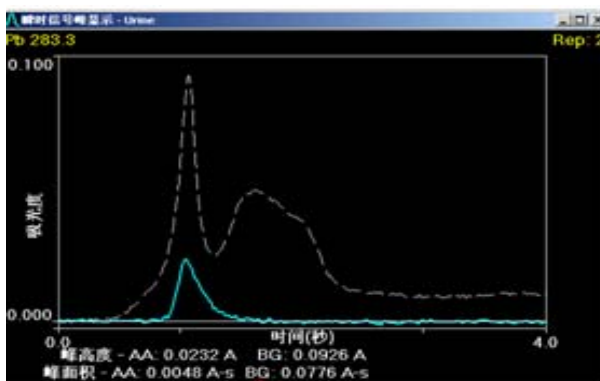
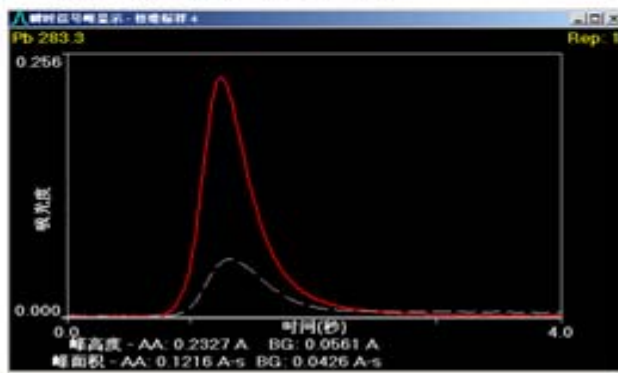
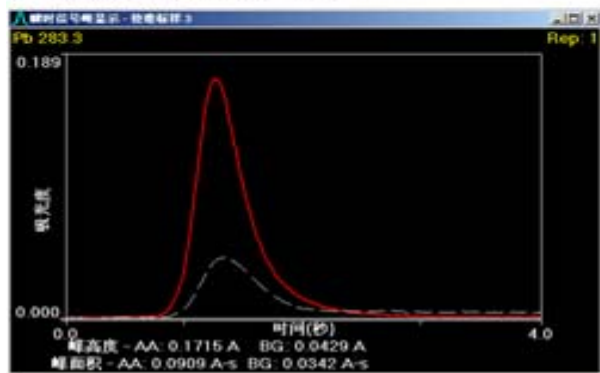
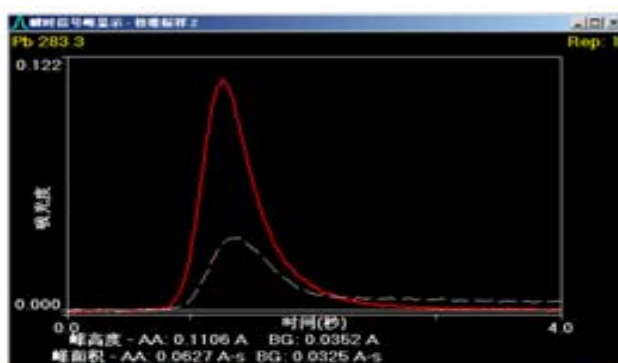
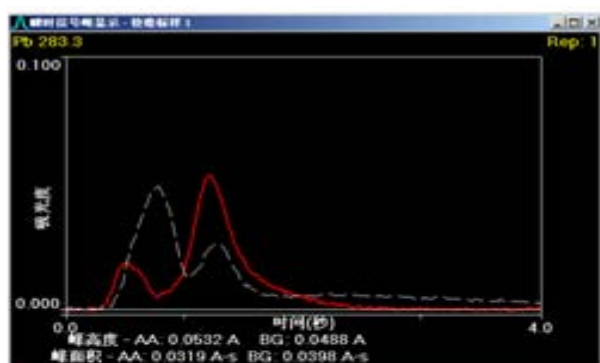
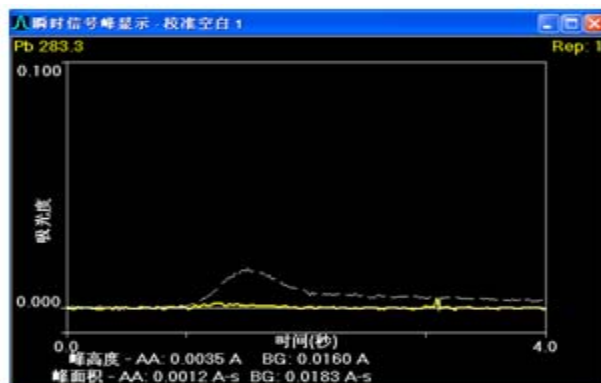
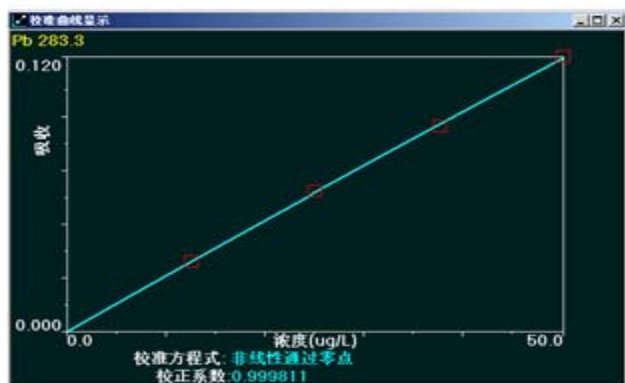
自动取样器位置: 12
数据收集日期: 2006-7-21 17:16:50
数据类型: 再处理 2006-7-21 18:30:11
试样初始体积:
制备试样体积:

重复测定数据: Blood-2#-12.5ppb									
重复测定	试样浓度	标样浓度	空白校正	峰	峰	背景	背景	时间	峰
#	ug/L	ug/L	信号	面积	高度	面积	高度		存储
1	24.6	24.6	0.0570	0.0589	0.1433	0.0754	0.1110	17:13:15	No
2	24.4	24.4	0.0566	0.0585	0.1444	0.0759	0.1083	17:16:06	No
均值:	24.5	24.5	0.0568						
SD:	0.131	0.131	0.0003						
%RSD:	0.533	0.533	0.53						

自动回收检查: Blood-2#-12.5ppb									
分析物	预期	预期	测量	单位	回收	限制(%)	下限/上限		
	浓度	增加	增加			(%)			
Pb 283.3	24.5	12.5	12.5	ug/L	99.8		90/110		

1.2.2 尿铅图谱和结果

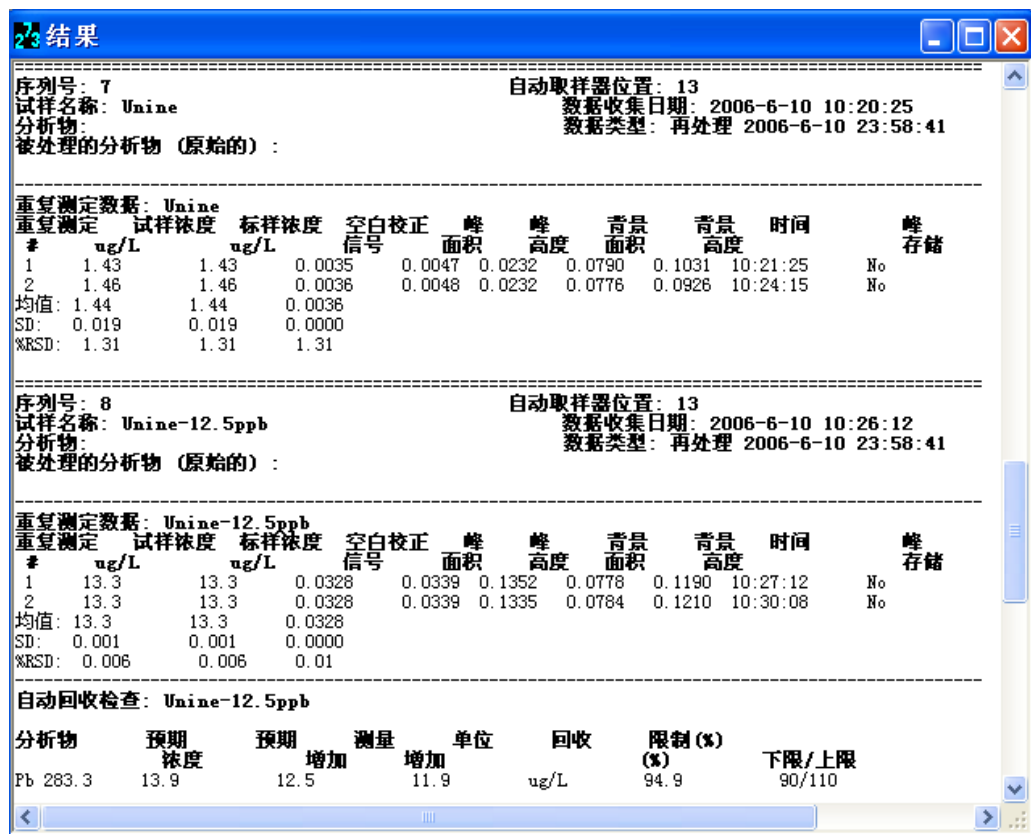
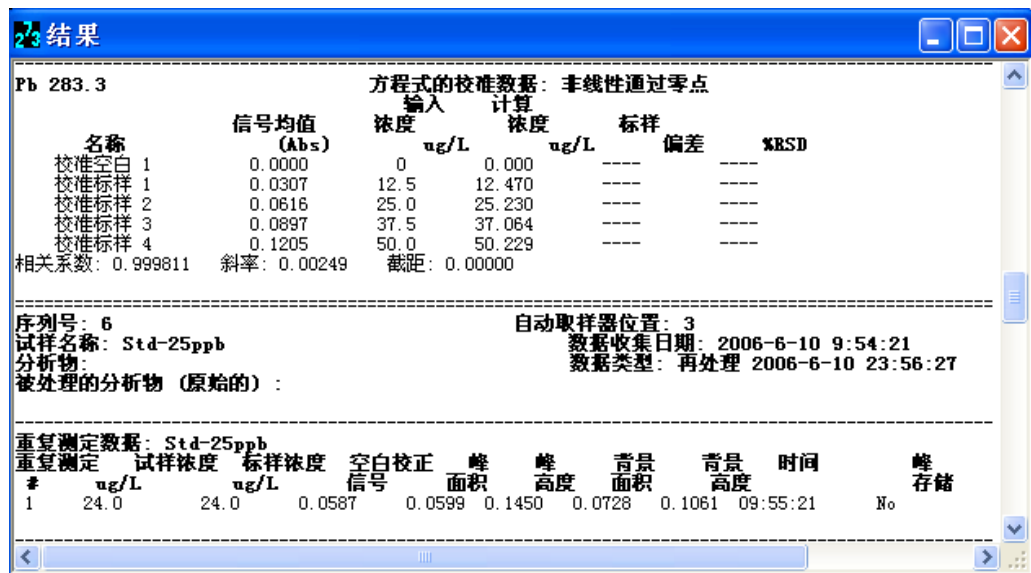
1.2.2.1 尿铅图谱



Pb: 1.43ppb in Urine

Pb: 13.3ppb in Urine + 12.5ppb

1.2.2.2 尿铅结果



PerkinElmer, Inc.

大中华区总部

地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编: 201203

电话: (021) 3876 9510

传真: (021) 387 91316

www.perkinelmer.com.cn



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

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。HyperDSC 和 PerkinElmer 是PerkinElmer及其子公司在美国或其它国家和地区的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利, 恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。