

用于测定血铅的高性能石墨炉管

应用简报

临床研究

作者

Kai Robinson、John Sanders、
James Barker

安捷伦科技公司
澳大利亚墨尔本



前言

随着石墨炉原子吸收光谱技术 (GF-AAS) 的发展，石墨管与仪器平台也在不断发展。早期石墨管采用未涂覆的石墨，寿命短、存在记忆效应且灵敏度低。热解涂层管的开发提高了石墨管的抗氧化性。经过涂覆的石墨管具有优异的寿命、分析物灵敏度和精密度。

石墨管设计的新一项进步是引入了石墨平台（“L'vov 平台”），将样品注入到该平台上进行原子化。平台的使用将原子化延迟至气体环境相对于管壁达到稳定温度时。这避免了气相分析物的冷凝和重组。

各种平台设计已经使用了多年，其中一些平台具有样品体积小和原子化温度受限等局限性。



Agilent Technologies

本应用简报介绍了一种克服以上局限性的石墨管，与之前的石墨管设计相比提高了灵敏度和检测限。这款设计称为安捷伦 Omega 平台管。

接触铅对人体健康具有不利影响。美国疾病控制与预防中心 (CDC) 规定，血铅浓度大于 10 µg/dL（相当于 0.48 µmol/L）时就应受到关注，并认可研究中表明的较低血铅浓度即会对儿童具有不利影响观点 [1]。

本应用简报评估了安捷伦 Omega 平台管在血铅测定中的应用。氘和塞曼背景校正是适用于该应用的两种常用技术。本应用采用塞曼背景校正法对背景进行校正。这种复杂的基质需要很好地控制温度曲线。

仪器

用于测定血铅的仪器为具有塞曼背景校正功能的 Agilent 280Z AA。Agilent 280Z AA 配置有 8 个处于固定位置的灯。安捷伦 UltrAA 灯有助于提高发射强度、降低噪音并提升灵敏度，可用于该仪器。

光谱仪配备 Agilent GTA 120 石墨管原子化器和 Agilent PSD 120 可编程进样器。Agilent PSD 120 最多能够支持 135 种溶液，且允许进行自动化标样前处理和超范围稀释。

Tube-CAM 石墨炉摄像头是 Agilent 280Z AA 的标准配置。Tube-CAM 通过 SpectrAA 软件呈现了石墨管内部的实时视图。在整个分析过程中，可以记录静态图像和视频。Tube-CAM 能够准确设置进样高度，在方法开发过程中确认石墨炉条件，并监测原子化阶段之后石墨管内可能出现的基质积聚。

表 1 列出了仪器设置，表 2 列出了分析中使用的石墨炉设置。所用的惰性气体为高纯度氦气。

表 1. 仪器设置

	仪器参数	设置
测量	重复次数	2
	模式	峰面积
光学参数	灯	Pb UltrAA
	波长	283.3 nm
	狭缝宽度	0.5R
	灯电流	10.0 mA
标样	标样 1	0.0483 µmol/L
	标样 2	0.0966 µmol/L
	标样 3	0.1449 µmol/L
	标样 4	0.2419 µmol/L
	标样 5	0.3382 µmol/L
进样器	总体积	10 µL
	样品量	10 µL
	进样次数	1

表 2. 石墨炉设置

步骤	温度 (°C)	时间 (s)	流速 (L/min)	读数
1	80	5	0.3	
2	95	40	0.3	
3	120	5	0.3	
4	250	5	0.3	
5	250	5	0.3	
6	400	10	0.3	
7	700	10	0.3	
8	700	10	0.3	
9	700	2	0	
10	2200	0.7	0	有
11	2200	1.5	0	有
12	2600	0.4	0.3	
13	2600	2	0.3	

材料和试剂

利用非离子型表面活性剂使血液样品的红细胞发生溶解。采用的磷酸盐化学改性剂可使用更高的灰化温度，从而减小基质干扰效应并稳定铅的信号 [2]。

用下列试剂配制校准溶液并进行样品前处理：

- 铅标准溶液，1000 mg/L (Spectrasol, BDH Laboratory Supplies, Poole, BH15 1TD, England)
- 非离子型表面活性剂 (Triton X-100, LABCHEM, AJAX Chemicals, Sydney, NSW, Australia)
- 高纯度硝酸 (Ultrapur, Merck, Kilsyth, Victoria, Australia)
- 磷酸二氢铵 (Suprapur, Merck, Kilsyth, Victoria, Australia)
- 1 类水 (MW/cm)
- 全血金属对照物 (Lyphocheck 浓度 1、2 和 3, BIO-RAD Laboratories, Irvine, CA, USA)
- 猪血 (经 EDTA 抗凝和 γ 射线照射处理, QCT Quality Control Technologies Pty Ltd, Newcastle, NSW, Australia)

样品前处理

将 1.5 g 磷酸二氢铵和 5 mL 1% (v/v) 的 Triton X-100 溶液加入 1 类水中并定容至 100 mL，制得非离子型表面活性剂/磷酸盐溶液。

用 0.1% 硝酸配制 1 mg/L 铅溶液 (4.83 $\mu\text{mol/L}$ Pb)。然后采用该溶液配制校准溶液和基质加标样品。

用非离子型表面活性剂/磷酸盐溶液将 1 mL 猪血和所需量的 1 mg/L 铅溶液稀释至 10 mL，制得五种校准溶液和一个空白。

按照随附的说明书复溶 Lyphocheck 全血金属对照物。然后用非离子型表面活性剂/磷酸盐溶液将 0.5 mL 复溶的 Lyphocheck 稀释至 5 mL，制得有证标准物质 (CRM)。

用非离子型表面活性剂/磷酸盐溶液将 0.5 mL Lyphocheck 浓度 1 和 20 μL 1 mg/L 的 Pb 溶液稀释至 5 mL，制得 Lyphocheck 浓度 1 加标样品。

每天配制新鲜的所有校准溶液和 CRM 溶液。

用于 PSD-120 可编程进样器的冲洗溶液为溶于 1 类水中的 0.1% 硝酸和 0.1% 非离子型表面活性剂。可使用溶于 1 类水中的 0.1% 硝酸和 10% 乙醇作为另一种冲洗溶液。

结果与讨论

加标样品和 CRM 获得了准确的结果 (参见表 3)。该方法表现出优异的相关系数， $R^2 = 0.9992$ (参见图 1)。Omega 平台管对于这种复杂的基质表现出良好的性能，具有极小的碳积聚 (参见图 2)。

表 3. 加标样品和 CRM 结果

样品	Pb 浓度 ($\mu\text{mol/L}$)	回收率 (%)
猪血	0	N/A
猪血加标样品 (0.14 $\mu\text{mol/L}$ Pb)	0.14	100
Lyphocheck 1 (0.41 $\mu\text{mol/L}$ Pb)	0.40	98
Lyphocheck 2 (1.34 $\mu\text{mol/L}$ Pb)	1.31	98
Lyphocheck 3 (2.50 $\mu\text{mol/L}$ Pb)	2.63	105

标准品和样品的温度曲线表明，利用 Omega 平台管获得了高信噪比 (参见图 3 和 4)。

未观察到样品之间存在交叉污染。在每个分析序列之后，将分配器毛细管置于王水中浸泡 1 分钟，除去所有蛋白质并确保毛细管保持疏水性。这是针对这种基质的推荐方法。

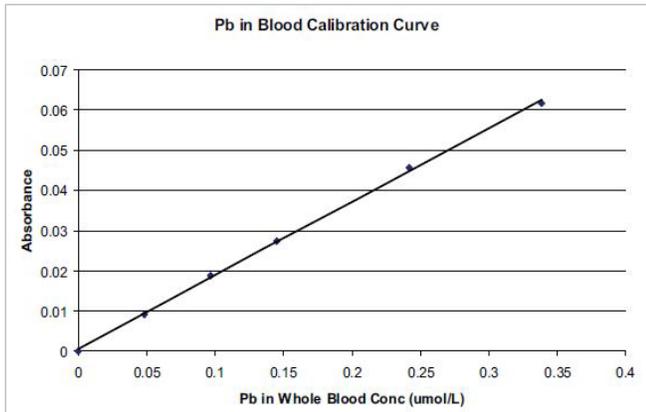


图 1. 血液中 Pb 的校准曲线表现出优异的相关系数， $R^2 = 0.9992$

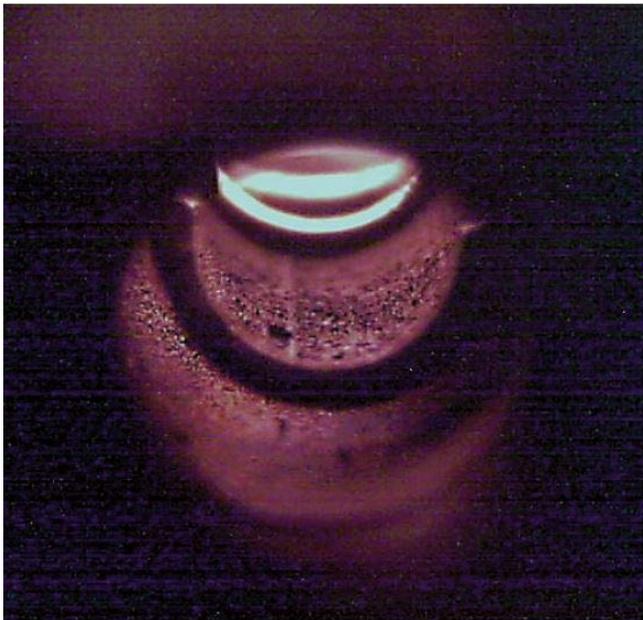


图 2. 分析完成时，由 Tube-CAM 摄像头采集的 Omega 平台管的图像

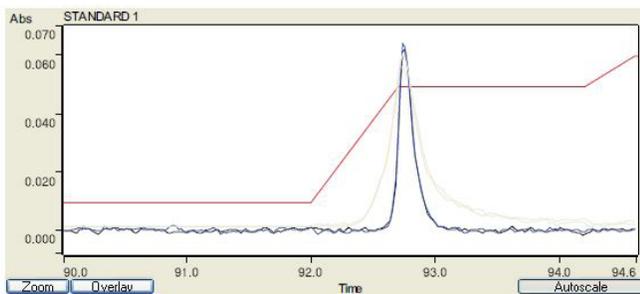


图 3. 血液标准品中 0.0483 $\mu\text{mol/L}$ Pb 的温度曲线

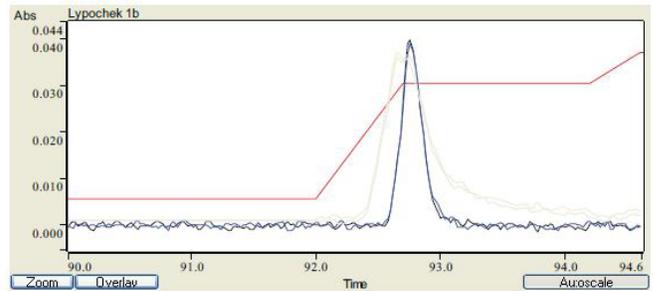


图 4. Lypocheck 1 SRM 的温度曲线

结论

安捷伦高性能 Omega 平台管可通过 Agilent 280Z AA 以石墨炉 AAS 法成功测定血铅。复杂的样品基质产生了宽带分子吸收，可通过塞曼背景校正得到准确校正。加标样品和标准参比物质 ($0.41 \mu\text{mol/L}$) 获得了优异的回收率，分别为 100% 和 98%。

安捷伦 Omega 平台管设计的优势在于适用于各种其他分析。

参考文献

1. J. L. Gerberding, et al., Preventing Lead Poisoning in Young Children, A Statement by the Centers for Disease Control, Public Health Service, Atlanta, GA (5th Revision August 2005). U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention Web site. Available at: <http://www.cdc.gov/nceh/lead/ACCLPP/recommend.htm> Accessed 20th June, 2008
2. Hinderberger, E. J., Kaiser, M. L., and Koertyohann, S. R. *At. Spectrosc.* 1981, 2 (1), 1-7

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

仅限研究使用。不可用于诊断目的。

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015
2015年8月12日，中国出版
出版号：SI-1586CHCN