

UYGULAMA NOTU

Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre

A002

AA ile İnsan Tam Kan ve İdrar Örneklerinde Elektrotermal AA Yöntemi ile Krom Analizi

HAZIRLAYAN

Yük. Kimyager Hakan AKTAŞ
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.



1.AMAÇ

Bu prosedür tam kan ve idrar örneklerinde krom miktarının AA ile saptanması amacıyla kullanılacak olan elektrotermal atomik absorpsiyon yöntemini açıklamaktadır.

2.KAPSAM:

Bu analiz metodu; insan tam kan ve idrar örneklerini kapsar.

3.PRENSİP:

Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Yöntemi

4.ALET - EKİPMAN ve AKSESUARLAR:

1. AAS (Shimadzu AA-7000)
2. Grafit Fırın Ünitesi
3. Sertifikalı Referans Materyal: (CRM) Seronorm Trace Element Whole Blood

5. KULLANILAN KİMYASALLAR VE KİMYASALLARIN HAZIRLANIŞI:

- Krom standart solüsyonu (1g/l) Titrisol_MERCK
- $Mg(NO_3)_2$ ve $Pd(NO_3)_2$ standart kimyasalları
- Nitrik Asit %65(w/v)
- Triton X-100 (Merck)

5.1. Çözelti ve Kimyasal Hazırlama :

Krom standart solüsyonu (Titrisol) 1L lik balon jojeye aktarılarak ultra saf ile hacmine tamamlanır. Elde edilen ana stok standart 1000 mg/l=1000 ppm 'dir.

Standart kalibrasyon grafiği için hazırlanan ana stoktan önce (1/100) seyreltme ile 10 ppm ve seri seyreltmelerle sırasıyla 0- 1- 2.5 - 5 ppb'lik standart çözeltiler hazırlanır. Hazırlama işlemleri %0.2 lik HNO_3 çözeltisi , % 0.1 lik Triton-X 100 çözeltisi ve $Mg(NO_3)_2$ ve $Pd(NO_3)_2$ matriks düzenleyici kullanılarak yapılmalıdır. İşlem basamakları aşağıda sırasıyla gösterilmiştir.

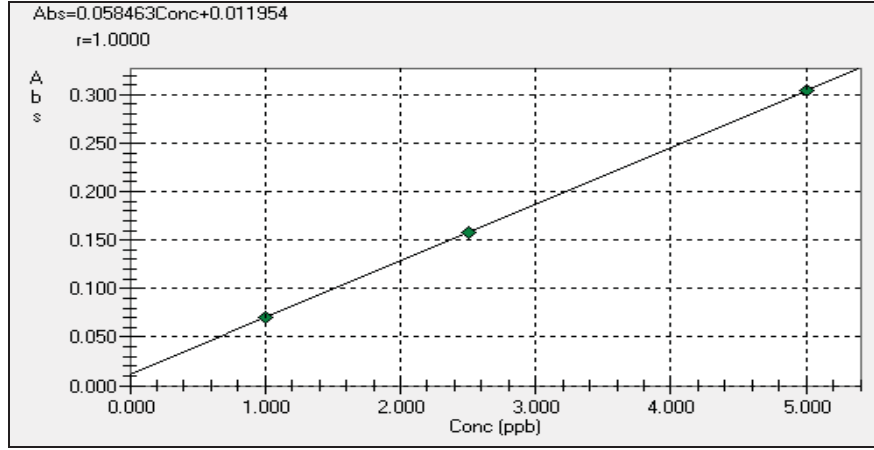
100 ppb ara stok kullanılarak ;

0 ppb standart : 1 ml %0.1Triton-X 100 + 2,5 ml matriks düzenleyici + %0.2 lik HNO_3 ile 10 ml tamamlanır.

1 ppb standart : 0.1 ml ara stok + 1 ml %0.1Triton-X 100 + 2,5 ml matriks düzenleyici + %0.2 lik HNO_3 ile 10 ml tamamlanır.

2,5 ppb standart : 0.25 ml ara stok + 1 ml %0.1Triton-X 100 + 2,5 ml matriks düzenleyici + %0.2 lik HNO_3 ile 10 ml tamamlanır.

5 ppb standart : 0.5 ml ara stok + 1 ml %0.1Triton-X 100 + 2,5 ml matriks düzenleyici + %0.2 lik HNO_3 ile 10 ml tamamlanır.



Matriks düzenleyici olarak 1g/L $Mg(NO_3)_2$ ve 0.5 g/L $Pd(NO_3)_2$ ile beraber hacmine %0.2 (v/v) HNO_3 ve %0.1 Triton-X 100 kullanılarak tamamlanır.

5.2. Örnek Hazırlama ;

0.3 ml Tam Kan/idrar örneği üzerine 0,3 ml matriks düzenleyici eklenir ve ardından 0.6 ml %0.2 lik HNO_3 ilave edilerek hacmin 1,2 ml olması sağlanır ve örnek iyice karıştırılır. Seyreltme Oranı (DF) 4 kat olarak hesaplanır.

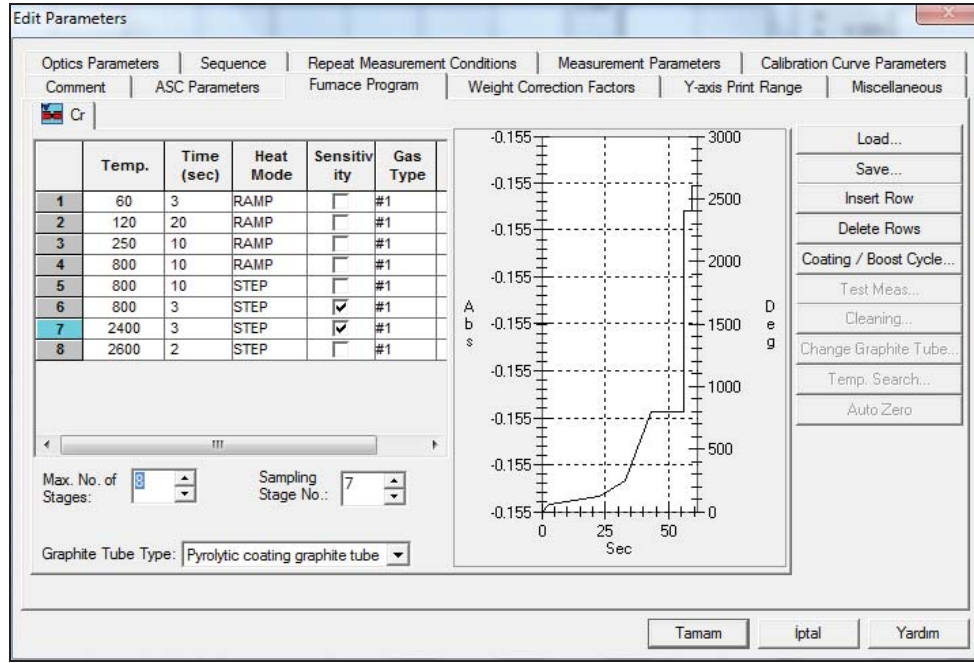
5.3. Kontrol Hazırlama:

Seronorm Marka (CRM) kontrolden 0,3 ml alınarak örnek hazırlama işlemlerinde olduğu gibi 0.3 ml matriks düzenleyici ve 0.6 ml %0.2 lik HNO_3 ilave edilerek yarım saat süre ile karıştırılır. Seyreltme Oranı (DF) 4 kat olarak hesaplanır.Yapılan çalışmada Seronorm Trace Element Whole Blood L-2 (LOT 1103129) ve Seronorm Trace Element Urine L-2 (LOT 1011645) kullanılmıştır.Aşağıda bu kontrollerin referans değerleri gösterilmiştir.

	Analitik Değer	Referans Aralık
Krom (Seronorm_ Tam Kan_ L-2)	11,8 ppb ($\mu g/L$)	7.0-16.6 ppb($\mu g/L$)
Krom (Seronorm_ İdrar_ L-2)	21.2 ppb ($\mu g/L$)	12.6-29.8 ppb($\mu g/L$)

Optik Parametreler:

Dalgaboyu :357.9 nm
Slit aralığı : 0.7 nm
Lamba Modu : BGC-D2
Lamba Akımı : 10 mA



Fırın ısıtma programı yukarıdaki şekilde olduğu gibi,

- 1.Basamak 60 °C 3 saniye (yavaş kurutma)
- 2.Basamak 120 °C 20 saniye (yavaş kurutma)
- 3.Basamak 250 °C 10 saniye (yavaş ısıtma-yanma)
- 4.Basamak 800 °C 10 saniye (yavaş ısıtma-yanma)
- 5.Basamak 800 °C 10 saniye (hızlı yakma)
- 6.Basamak 800 °C 3 saniye (hızlı yakma)
- 7.Basamak 2400 °C 3 saniye (atomlaştırma)
- 8.Basamak 2600 °C 2 saniye (temizleme)

Enjeksiyon Hacimleri : 10 µl örnek / 10 µl matris olacak şekilde ayarlanmıştır.(1/1) Matris ilavesi manual olarak standart ve numuneye belirtilen oranda ilave edilmiştir.

Matris düzenleyici : Mg(NO₃)₂ ve Pd(NO₃)₂ kullanılmıştır.

Örneğin seyreltme miktarları : Tam Kan için 1/4 ve İdrar için 1/4 olacak şekilde seyreltilmiştir.

6. ANALİTİK SONUÇLAR

Yapılan idrar ve tam kan kontrol çalışmalarında seronorm kontrol değeri 3.70 ppb ve 2.13 ppb gözlenmiş olup , DF:4 faktörüyle hesaplandığında 14,80 ppb idrar ve 8,52 ppb tam kan sonuç bulunmuştur. Ayrıca hasta tam kan ve idrar sonuçları ise referans aralıklarda çıktığı gözlenmiştir.

Bu Aplikasyon Notu uygulamanın gerçekleştirildiği tarihe ait bilgiler ışığında oluşturulmuştur.
Bu yayında yer alan bilgilerin referans gösterilerek başka bir yerde kullanılması Ant Teknik'in iznine tabidir.
Aplikasyon Notu Ant Teknik tarafından önceden bildirilmeksizin değiştirilebilir.