

表 1 不同浓度标准物质的浓缩倍数

化合物 实验号	甲 苯			对二甲苯			邻二甲苯		
	I	II	III	I	II	III	I	II	III
Co	0.16	0.08	0.04	0.16	0.08	0.04	0.16	0.08	0.04
Cs	400	400	400	400	400	400	400	400	400
As	3223	2882	2797	2989	2707	2623	2999	2716	2642
Ai	969	375	291	942	358	312	1032	438	384
n	752	651	1040	788	681	1189	910	806	1453

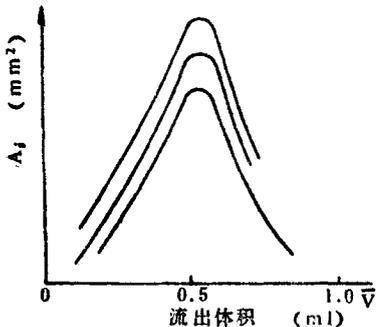


图 4 流出体积和峰面积关系图

算为浓缩前后物质重量之比, 计算回收率如表 2 所示。

$$\text{回收}\% = \frac{A_i}{A_s} \cdot \frac{C_s}{C_o} \cdot \frac{\bar{V}_2}{\bar{V}_1} \times 100$$

式中: \bar{V}_1 , 浓缩前体积; \bar{V}_2 浓缩后体积。

从表 1 和表 2 结果可见, 本法对痕量杂质的浓

表 2 不同浓度的回收率

实验序号 化 合 物	I			II			III		
	甲苯	对二甲苯	邻二甲苯	甲苯	对二甲苯	邻二甲苯	甲苯	对二甲苯	邻二甲苯
Ai	636	619	643	159	137	157	380	359	405
As	2797	2623	2642	2882	2707	2716	3228	2989	2999
Co	0.04	0.04	0.04	0.08	0.08	0.08	0.16	0.16	0.16
回收 %	97.2	90.7	108.2	55.2	50.6	57.8	59.0	60.1	67.5

缩, 尤其是pp'级杂质更为适用。

取兰化304厂及303厂污水500ml, 按本法浓缩和分析而得色谱图, 前者谱图中约50多个峰, 后者谱图中约40多个峰(图略)。

本法简单易行、快速, 多次实验表明除溶剂杂质之外, 未发现引入人为的杂质, 本法还可以避免热解吸过程中产生样品和吸附剂的变化, 可见溶剂解吸在一定的条件和需要下也是好用的。

参 考 文 献

- [1] Christoph Osterroht, J. Chromatogr., 101, 289 (1974).
- [2] Z. Voznakova et al., J. Chromatogr. Sci., 16, 123 (1978).
- [3] Rein Otson et al., Anal. Chem., 54, 942 (1982).
- [4] A. K. Burnham et al., Anal. Chem., 44, 139 (1972).

(收稿日期: 1985年6月)

有机磷农药的快速薄层色谱检验

肖学成

(湖南湘潭市卫生防疫站)

有机磷农药由于其广泛使用, 造成中毒的事故时有发生。目前国内有关有机磷农药中毒的快速薄层检验, 从毒检的角度报道甚少。笔者近年来接触 5 起有机磷农药中毒样品, 均在半小时内报出结果, 有两起中毒样品均在 20 分钟内确证为甲胺磷。该法简便、快速、准确, 一次能排除 7 种以上有机磷农药, 在常规毒检中不失为一种较理想的检测手段。

一、原理: 样品中有机磷农药经苯萃取后在硅胶G板上展开、显色, 然后将样品斑点的 R_f 值与标准比较定性。

二、试剂: 1. 苯; 2. 展开剂: 苯: 甲醇 (9: 1); 3. 显色剂: 0.2% 氯化钼溶液, 称取 0.2g 氯化钼溶于少量水中, 滴加几滴浓盐酸助溶, 然后用蒸馏水稀释至 100ml; 4. 硅胶G; 5. 农药标准: 将各种有机磷农药的纯品(无纯品可用市售商品代替)用苯配制成 1.0mg/ml。

三、仪器 1. 玻璃层析槽; 2. 玻璃喷雾器; 3. 玻璃薄层板 (5×20cm); 4. 涂布器 (用有机玻璃自制); 5. 血色素吸管。

四、步骤: 1. 提取: 称取呕吐物或剩余食 (下转 130 页)

表 2 异博定的回收率

加入量 (μg)	测得量 (μg) C	SD	次数	平均回收率	SD%	CV%
0.5	0.30	0.01	5	60	2	5.5
1.25	0.74	0.04	5	59	3	6.0
2.00	1.22	0.03	5	61	4	6.5

表 3 狗静脉注射给药后的血药浓度

编号	用药量(mg/kg)	取样时间(min) (停药后)	血浆中浓度 (ng/ml)
1	2.5	1	150
	加注1.5	1	185
2	3.5	1	250
	加注2.5	1	300
3	10	1	425
	加注 8	1	2135
	加注 5	1	2550

讨 论

1. 激发光203nm, 发射光320nm时, 异博定的荧光吸收可大大增加(3,4)。根据本实验室的条件, 选用激发光254nm和发射光313nm也能获得较好的结果。异博定也可用UV-254nm进行定量分析, 但灵敏度低, 杂质峰多。

2. 流动相的组成和配比对峰形和 t_R 影响较大。当流动相为甲醇:水(85:15, V/V)时 t_R 大, 峰宽拖尾。增加10%乙醚, t_R 变小, 峰变窄, 但拖尾。再加3%异丙醇, 拖尾消失。

3. 柱温在30°—50℃, t_R 变化不大, 样品中杂质不干扰。在柱温低于10℃时, 基本不能进行血浆样品分析。主要是提取液中一些水溶性蛋白质不易流出柱子, 干扰测定。

(上接 133 页)

物等样品适量于带塞三角瓶中, 用适量苯振荡浸取5分钟, 过滤于刻度试管中定容(可供定量用)。

2. 滴板、展开: 将样品提取液用血色素吸管滴5—10μl于硅胶G板上, 滴横板, 然后将各种标准农药滴在同一块板上, 一块板上可滴12个点, 用展开剂横向展开(约3分钟), 喷氯化钼显色, 农药立即出现黄褐色斑点, 将样品斑点 R_f 值与各种标准农药比较, 如发现样品斑点与某种农药斑点 R_f 值相同时, 再将样品与该种农药重滴一块板,

4. 异博定为弱碱性物质, 反提取时, 水溶液保持适宜的酸度极为重要, 一般pH在1—2为宜。

0.02mol/L HCl反提, 提取次数为3×50μl时, 回收率可提高至75—81%, 但多次提取, 手续较烦。

5. 口服异博定, 在血液中可测出代谢产物一级、二级胺(1)。由于我们是静脉给药, 且用药后立即取样, 故未检出一级、二级胺代谢产物。

参 考 文 献

- (1) R. G. Mcallister et al., J. Pharm. Sci., 68 (5), 574 (1979).
- (2) H. G. Hege, Arzneim.-Forsch./Drug Res., 29(11), 1681 (1979).
- (3) S. R. Harapat et al. J. Chromatogr., 170, 385 (1979).
- (4) S. C. J. Cole et al., J. Chromatogr., 218, 623 (1981).
- (5) S. R. Harapat et al., J. Chromatogr., 181, 484 (1980).
- (6) E. Watson et al., J. Pharm. Sci., 70 (7), 800 (1981).
- (7) C. K. Lim et al., J. Liquid Chromatogr., 6 (5), 887 (1983).

(收稿日期: 1986年1月23日)

The Determination of Verapamil in Plasma by High Performance Liquid Chromatography Dai Xiulian & Li Shaoyong, Shandong Academy of Medical Sciences

A high performance liquid chromatographic assay procedure has been developed for verapamil in plasma. Verapamil is extracted from alkalinized plasma with heptane and back extracted into 0.02MHCl. The acidic aqueous solution is analysed by Waters 204 Liquid Chromatograph with a fluorescence detector. The column was YWG-C18 reversed phase (150 x 5mm) and the eluting solvent consists of methanol: diethyl:ether:water: 2-propanol (77:10:10:3). Minimum detectable amount of the method is 25ng.

更换一种展开剂, 同法显色比较, R_f 值再相同时, 即证实样品中含有该种农药。

检测实例:

1986年1月24日, 笔者用该法检测一起37人重大食物中毒样品, 在呕吐物残渣、剩饭、可疑药瓶中均准确检出甲胺磷农药, 一次排除了手头现有的1059、1605、乐果、亚胺硫磷, 马拉硫磷、治螟磷等6种有机磷农药, 于16分钟报出检验结果。

(收稿日期: 1986年3月7日)