

Determination of Ethanol in Alcoholic Beverages by Indirect UV Photometric Detection Technique Zhang Xuejun and Sun Jingshao Department of Food Engineering, Wenzhou University

Ethanol and other alcohols in certain beverages and similar solutions may be determined by reversed-phase liquid chromatography using the UV-detector. The mobile phase in this case

contains a UV-absorbing compound in low concentration. By using the technique except for filtering to remove particulate matter, sample can be injected without any pretreatment. The concentration of ethanol in seven types of beverages can be determined with 0.58% standard deviation. Calibration Curve is a straight line from 1% to 80% and the mean recover is 96.2%

# 高效液相色谱法测定人体脑脊液和血液中的氯霉素含量

张海浪 陈 一 邓思珊

(福建省医学科学研究所, 福州)

氯霉素是一种高效、广谱抗生素, 它能有效地渗入脑脊液中, 对于治疗多种细菌性脑膜炎有相当疗效。但是, 由于氯霉素对造血系统的毒性颇为严重, 因此监测体内氯霉素的浓度, 可以指导临床安全用药, 增强疗效, 避免和减少毒副反应。

高效液相色谱法测定体内药物浓度, 方法专一可靠, 分析简便快速, 国外近年来有应用于体液中氯霉素测定的报道(1-5)。本文建立的测定人体脑脊液和血液中氯霉素含量的分析方法与上述报道比较, 具有样品处理方便、流动相组成简单以及浓度测定线性范围广等特点, 适用于临床体内药物浓度测定及药代动力学方面的研究。

## 实 验 部 分

### (一) 仪器与试剂

岛津 LC-4A 型高效液相色谱仪, SPD-2AS 型紫外检测器, C-R2AX 型数据处理机。

氯霉素标准品为国家标准品, 其他均为国产分析纯试剂, 实验用水为重蒸馏水。

### (二) 色谱条件

色谱柱: Zorbax C<sub>8</sub>, 150mm×4.6mmi·d. 柱温: 50℃; 流动相: 甲醇/水(40:60, V/V); 流速1ml/min; 进样量10μl;

检测波长: 278nm; 灵敏度: 0.08AUFS。以峰

高比或峰面积比的内标法进行定量分析。

### (三) 试样制备

1. 标准溶液 精密称取氯霉素标准品 5.34 mg, 用流动相溶解并置100ml容量瓶中定容。

2. 内标溶液: 用甲醇溶解非那西丁并配制溶 2.67mg/ml 溶液。

3. 体液样品 取肝素抗凝血浆或脑脊液 10 μl, 加内标溶液10μl, 再加入 0.5mol/L 高氯酸成液150μl, 经旋涡振荡后, 以3500转/min离心5min 取上清液供进样分析。

### (四) 工作曲线制备

将标准溶液用流动相配成一系列不同的浓度, 取氯霉素含量范围在0.101~23.7μg 的溶液 9 份, 加入内标溶液 10μl, 混匀后照上述色谱条件进行测定。测得氯霉素对内标的峰高比或峰面积比与其在样品中的含量呈良好的线性关系, 它们的直线回归方程分别为

$$y = 10.203H - 0.028, \quad r = 0.9999 \text{ (峰高比)}$$

$$y = 12.829A - 0.029, \quad r = 0.9999 \text{ (峰面积比)}$$

### (五) 回收率和精密度测定

于空白脑脊液和血浆中加入一定量的氯霉素标准品, 以批内和批间照上述方法处理并测定, 结果见附图和附表。

表 1 回收率和精密度测定

样 品	脑 脊 液				血 浆			
	0.4952(批内n=5)		0.6899(批间n=5)		0.4290(批内n=5)		22.42(批间n=5)	
加入量 (μg)								
测定方式	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比
平均回收量(μg)	0.4864	0.4775	0.6772	0.6831	0.4239	0.4248	21.60	21.96
平均回收率(%)	98.2	96.4	98.2	99.0	98.3	99.0	96.4	97.9
CV(%)	0.39	1.53	6.3	5.3	1.33	1.43	3.2	2.2

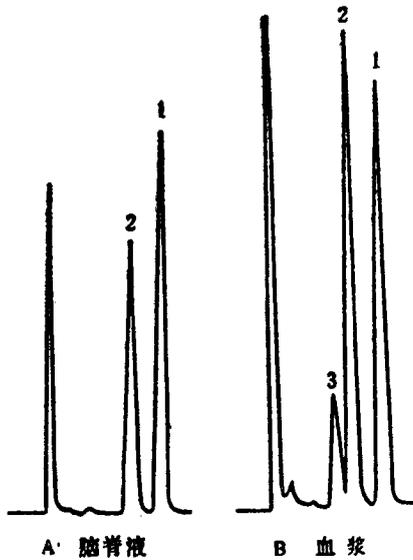


图 1 含氯霉素样品的色谱图  
1. 内标(6.6'), 2. 氯霉素(5.3'), 3. 杂质(4.4')

### 讨 论

实验中曾将样品用乙腈等有机溶剂沉淀蛋白质, 但氯霉素的色谱峰形很差, 影响了与血浆中内源性杂质的分离和回收率。后改用 0.5mol/L 高氯酸去除蛋白质, 氯霉素峰形较好, 进样分析百次以上柱效也未见下降。

常温下血浆中一个内源性杂质峰干扰氯霉素的测定, 若改变流动相比比例则分析时间较长且影响检测灵敏度, 将柱温提高到50℃后, 氯霉素与杂质在短时间内得到了良好的分离。

对用氯霉素治疗病人可能同时使用一些药物在上述测定条件下分别进样, 结果表明它们都不对氯霉素的测定产生干扰。这些药物是: 青霉素、氨苄青霉素、庆大霉素、磺胺甲异恶唑、磺胺增效剂、苯妥英钠、西米地丁、茶碱、苯巴比妥、复方氯丙

嗪、安定和乙酰谷酰胺。

本法样品用量少, 方法简便、快速。不论用峰高比或峰面积比进行测定都可得到准确的结果。氯霉素最低检测限为 0.48ng, 样品中最低检出浓度为 0.12 $\mu$ g/ml。含量测定线性动力学范围达  $2.6 \times 10^2$ , 重复性好, 脑脊液测定回收率  $98.0 \pm 1.1\%$ , 血浆测定回收率  $98.0 \pm 1.2\%$ 。我们应用此法测定了部分用氯霉素治疗的脑膜炎病人的脑脊液和血浆, 结果令人满意。

### 参 考 文 献

- (1) J.T. Burke et al., J. Pharma. Sci., 69,909 (1980).
  - (2) M.K. Aravind et al., J. Chromatogr., 221, 176(1980).
  - (3) M.C. Nahata et al., J.Chromatogr., 223,247 (1981).
  - (4) L.A.Danzer, C.in.Chem., 29,856(1933).
  - (5) D.J.Berry, J.Chromatogr.,385,337(1987).
- (收稿日期: 1988年1月4日)

High Performance Liquid Chromatographic Determination of Chloramphenicol in Human Plasma and Cerebrospinal Fluid *Zhang Hailang, Chen yi and Deng Sishan, Fujian Institute of Medical Science, Fuzhou*

An HPLC method for the determination of chloramphenicol in human plasma and cerebrospinal fluid has been developed. The method is simple and convenient. Samples are only collected in 100 $\mu$ l. The chloramphenicol concentration can be calculated either by peak height ratio or by peak area ratio. The standard curve is linear over the range from 0.1 to 23.7 $\mu$ g in sample with correlation coefficient of 0.9999. The recovery of chloramphenicol from plasma and cerebrospinal fluid are  $98.0 \pm 1.2\%$  and  $98.0 \pm 1.1\%$  respectively. The coefficients of variation of the intra- and inter-assay are within 1.5% and 6.3% respectively. The minimum detectable quantity is 0.12 $\mu$ g/ml in sample.

## 首届浙江省化学会色谱专业委员会成立大会暨论文报告会 7 月于杭州召开

首届浙江省化学会色谱专业委员会成立大会暨论文报告会1989年7月13日至15日在杭州大学召开, 来自全省各地近一百五十名代表参加了会议, 会议推选杭州大学金松寿教授为委员会名誉主任; 浙江大学侯镜德副教授、杭州大学杨国梁副教授和浙江省测试技术研究所李益圩高级工程师为委员会正、副主任。会议还进行了论文报告, 有六十多篇论文分组进行了交流, 内容涉及色谱基础理论、气相色谱、液相色谱(包括离子色谱)等方面。代表们一致认为, 色谱专业委员会的成立和这次大会的召开将大大促进色谱工作者之间的交流, 推动全省色谱技术的发展。

(浙江省测试技术研究所 朱岩供稿)