

吸道吸入在机体的代谢上无大差别，从而设计了碳-14氯乙烯的植物油吸收，产品包装避光，以减少因聚合而带来损失。

3. 碳-14氯乙烯植物油，经口投给昆明种雄性小鼠，以观察碳-14氯乙烯在动物体内的整体分布(图5)，血液半清除时间(图6)，排泄物内氯乙烯的代谢物，动物实验结果(由北京市工业卫生职业病研究所完成)与国外的有关报道吻合。

4. 聚氯乙烯在塑料王国之中占了一定的地位，从日常生活到工农业生产，从交通、通讯、建筑到宇宙飞行等领域都离不开它，因此除研究它的毒理性外，还需研究耐磨、耐腐蚀、电绝缘性及在极高、极低温度真空失重下性能的变异；这些研究都需要碳-14氯乙烯，因此这个标记化合物有待被广泛应用。

色谱分析数据由汪培英、林志豪、金华龙同志提供。

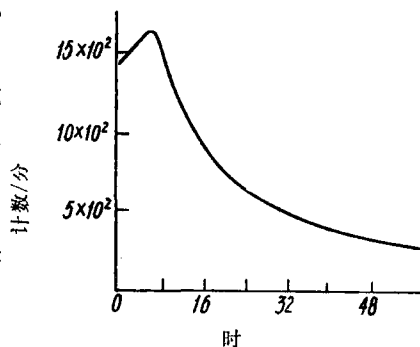


图6 血液半清除时间( $T_{1/2}$ )

### 参 考 文 献

[1] C. Maltoni et al., *Ann. N. Y. Acad. Sci.*, 246, 195(1975).  
 [2] E. R. Wagner et al., *J. Labeled Compd.*, 11(4), 535(1975).  
 [3] E. R. Wagner et al., *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 246, 152(1975).  
 [4] 聚氯乙烯工艺规程, 上海燎原化工厂(内部资料)1975.  
 [5] B. B. 波契卡列夫, 放射性制剂的制备与测量方法论文集, 中国工业出版社, 1965.  
 (编辑部收到日期: 1982年5月10日)

## 用双柱高效液相色谱技术分析<sup>3</sup>H-CAMP

张林祥 王美中 应后杰 胡平芬

**关键词** 双柱高效液相色谱, 腺苷(A), 一磷酸腺苷(AMP), 环磷酸腺苷(CAMP), <sup>3</sup>H-CAMP, 流通型液体闪烁放射性检测器。

### 一、前 言

<sup>3</sup>H-CAMP 广泛地应用于生物化学和生物医学中, CAMP 存在于各种组织和体液中, 是调节机体代谢与生理功能的重要活性物质, 许多激素、药物对细胞的作用、机体免疫功能状况等与这种环核苷酸有关。为分析<sup>3</sup>H-CAMP 的放化纯度, 我们建立了分析方法。

对 CAMP 的有关组分进行了分离试验。在气相色谱中经常用几根柱串联或并联来解决复杂组分的分析。对于本工作不是一个复杂的分析问题, 一般采用一根液体色谱柱就能解决, 作为一种方法尝试, 使用阴离子交换柱与反相柱串联, 并与单柱进行比较, 只要柱与柱的联结的死体积小, 就可以获得较好的结果。我们在自制的流通型液体闪烁放射性检测器上进行氚标记物的测定、获得了较好的线性与分析精度。

## 二、实验部分

1. 仪器 日立-635 高压液体色谱仪；FJ-353 G 型双道液体闪烁计数器(262 厂)；线性率表(北京 261 厂)；CSF-1 A 超声波发生器(上海超声波仪器厂)；2ZJ-1 升/320 柱塞计量泵(辽源市化工机械厂)；1 ZJT 型柱塞计量泵(河北化工学院化工机械厂)。

2. 试剂 四氯化碳，己烷，甲醇， $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ， $\text{H}_3\text{PO}_4$ ，均为分析纯。水经离子交换柱纯化后，蒸馏一次。YWG-RNC1 和 YWG-CH 柱用匀浆法装柱。

3. 流程 图 1 是高效液体色谱仪与流通型液体闪烁放射性检测器相结合的流程图。

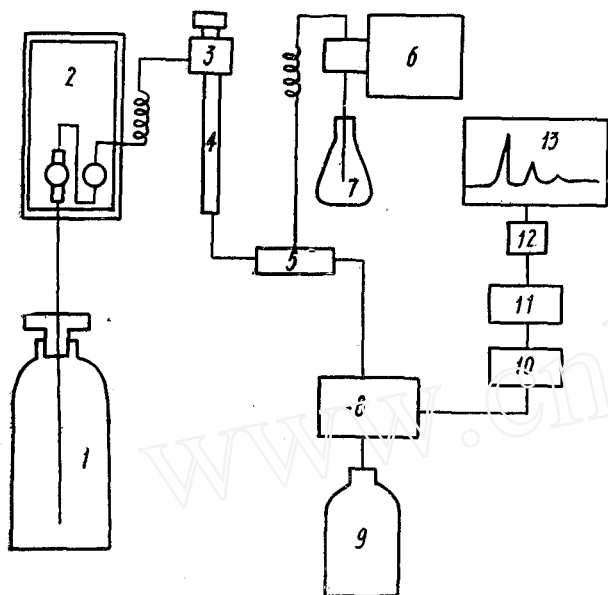


图 1 流程图

1. 流动相溶剂瓶；2. 高压泵；3. 进样器；4. 色谱柱；5. 混合器；6. 液体闪烁液输送泵；7. 闪烁液；8. 双管符合型液体闪烁探测器(一对 GDB-52 型光电倍增管。流通池)，9. 废液瓶；10. 分析器；11. 双道自动定标器；12. 线性率表；13. 记录仪。

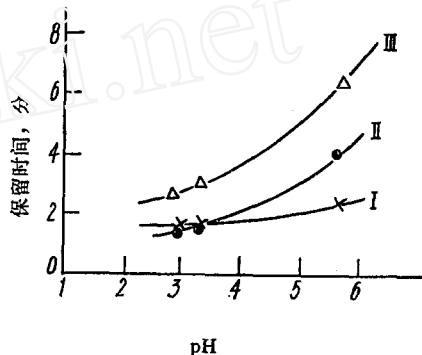


图 2 AMP 在三种色谱柱上保留时间与 pH 值的关系

I. YWG-CH,  $6 \times 0.4$  cm; II. YWG-RNC1,  $6 \times 0.4$  cm; III. YWG-CH  $6 \times 0.4$  cm + YWG-RNC1  $6 \times 0.4$  cm; 流动相,  $0.05 \text{ M } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ; 流速  $0.8 \text{ ml/分}$ 。

## 三、结果和讨论

1. A、AMP 和 CAMP 保留时间与 pH 值的关系 图 2—4 是 AMP, A 和 CAMP 在三种色谱柱上的保留时间与 pH 值的关系。流动相为  $0.05 \text{ M } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  用磷酸调节 pH 值。A、AMP 和 CAMP 在三种色谱柱上的保留时间都随着 pH 值的增加而增大，但三个组分的变化是不同的。在串联柱上，AMP 的曲线变化比较缓慢，而 CAMP 的曲线变化比较陡，这三个组分在串联柱上的分离比在单柱时的分离好。由这三图的曲线看，在串联柱上的保留时间是近似于单柱上的保留时间之和。其比较小的差异是由于在进样时，流动相与固定相间没有完全平衡。

2. 混合样品分析 图 5—6 是在单柱上的分析谱图，图 7 是在串联柱上的分析谱图。从这些谱图上可以看到串联柱的分离较好，色谱峰也没有明显加宽。柱与柱的联结处一定要减小死体积。如果死体积增大，就会引起色谱峰的加宽。利用两种不同性质的色谱柱，

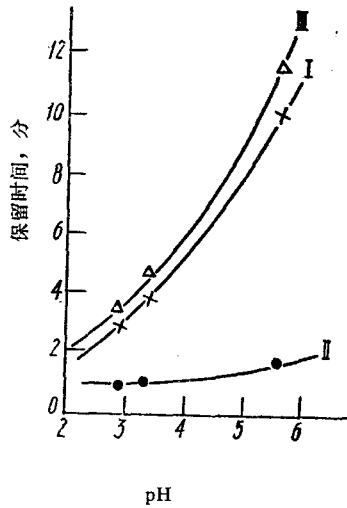


图 3 A(腺苷)在三种色谱柱上保留时间与 pH 值的关系  
其他条件同图 2。

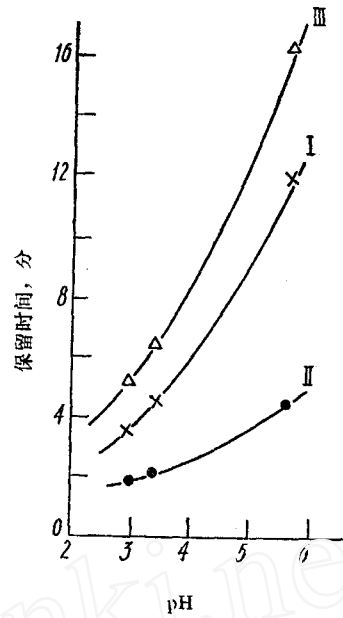


图 4 CAMP在三种色谱柱上保留时间与 pH 值的关系  
其他条件同图 2。

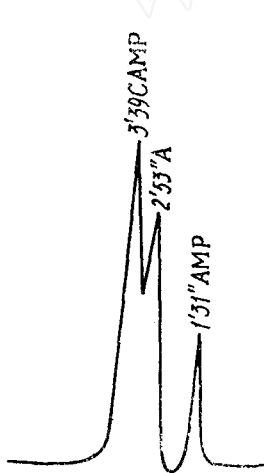


图 5  
柱: YWG-CH 6×0.4 cm; 流动相: 0.05M (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, pH = 2.9; 流速: 0.8ml/分; 检测器: 紫外检测器(254 nm)。

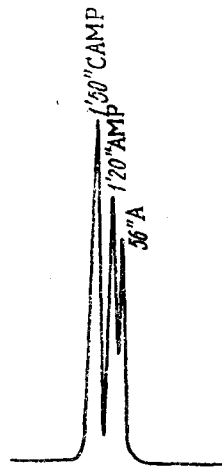


图 6  
柱: YWG-RNCl 6×0.4 cm; 其他条件同图 5。

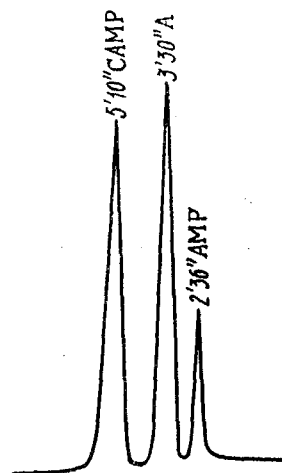


图 7  
柱: YWG-CH 6×0.4 cm + YWG-RNCl 6×0.4 cm; 其他条件同图 5。

可以改变色谱峰的位置,这在某些分析中是十分有用的,例如一个微量杂质峰紧挨在含量较大的色谱峰之后,而且分离又不十分好,那就很难测定微量的杂质峰,如果使用两根不同性质的色谱柱,有可能改变其位置,使其微量杂质峰位于主峰之前。这样就能比较好地测定微量杂质。

3. <sup>3</sup>H-CAMP 线性和测定精度 色谱采用串联柱,流动相为 0.05 M (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>,

pH 为 3.0, 流速为 0.8 ml/分。

闪烁液的组成: 称取 30 克萘, 2 克 PPO, 100 mgPOPOP, 倒入 500 ml 容量瓶, 又倒入 50 ml 甲醇, 100 ml 乙二醇, 用二氧六环稀释至刻度。

闪烁液流速为 2.7 ml/分。

测量条件: 电压 1130 伏, 甄别阈  $A=B=3.0$  伏, 放大倍数  $A=B=\frac{1}{2}$ , 分析选择“1”, 时间常数 3 秒, 放射性检出器流通池体积  $500 \mu\text{l}$ 。

图 8 是放射性样品进样体积与放射性计数之间的关系。放射浓度为  $1 \mu\text{Ci}/\mu\text{l}$ 。

表 1 中所列的重复性数据进样量的放射性浓度均为  $0.64 \mu\text{Ci}/\mu\text{l}$ ,  $15 \mu\text{l}$   $^3\text{H-CAMP}$ , 重复性为 0.6%。

图 9 是存放的  $^3\text{H-CAMP}$  的分析谱图。

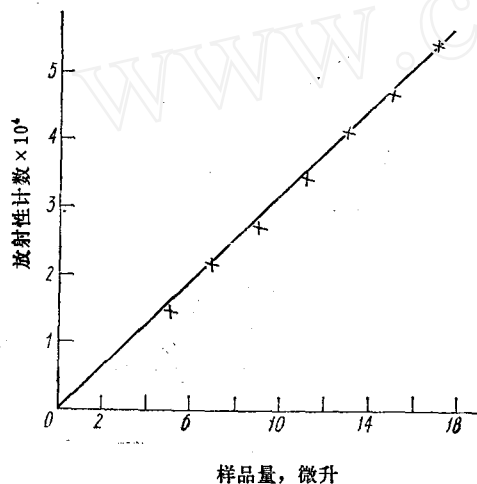


图 8  $^3\text{H-CAMP}$  的样品量与放射性计数的关系

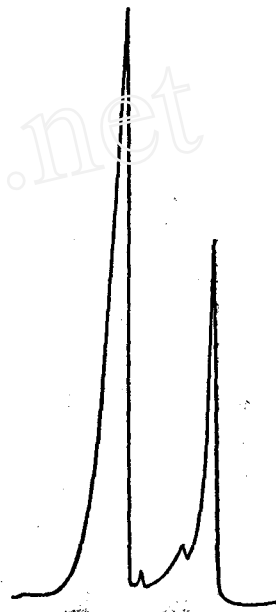


图 9  $^3\text{H-CAMP}$  分析谱图

表 1  $^3\text{H-CAMP}$  放射性测量的重复性

No	1	2	3	4	5	6	7	8
放射性计数	28000	28259	28354	28431	28104	28211	28393	28400

### 参 考 文 献

- [1] L. Shutte, *J. Chromatogr.*, **72**, 303(1972).
- [2] G. B. Sieswerda et al., *J. Radioanal. Chem.*, **11**, 49 (1972).
- [3] J. de Belleruche et al., *Anal. Biochem.*, **71**, 193(1976).
- [4] R. C. Desrosiers, *Biochem.*, **14**, 4367(1975).

- [5] E. Juengling et al., *Anal. Biochem.*, 102, 358(1980).
- [6] K. Seta et al., *J. Liquid Chromatogr.*, 4, 129(1981).
- [7] J. D. Schwenn et al., *J. Chromatogr.*, 193, 285(1980).
- [8] G. A. Taylor, et al., *J. Chromatogr. (Biomed. Appl.)*, 9, 421(1980).

(编辑部收到日期: 1983年1月31日)

## 氘中氢和氘化氢的气相色谱分析法

杨存金 陈烈贤

关键词 氘同位素, 气相色谱法, 气敏色谱法, 氢, 氘, 氘化氢。

### 一、前 言

氘同位素在原子能工业中的应用是相当广泛的, 如热核反应, 加速器及气态靶的研究和应用, 都具有非常广泛的实际意义。所以国内外有较多的关于氘同位素的气相色谱分析方面的文章<sup>[1-8]</sup>。本文主要为加速器及气态靶研究提出的氘(或氢)纯度要求而建立的气相色谱法。此方法具有操作简单、快速、准确和灵敏度高的特点。

氘中主要杂质有 O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> 和 HD。它们在某些条件下, 参与了核反应, 如加速器加速的氘束中含有质子, 氘靶中含有氧<sup>[16O(d,n)17F]</sup>等, 为此, 有必要在改进制氘工艺的同时, 要建立氘中微量杂质的分析方法, 尤其是对 H<sub>2</sub> 与 HD 的分析。

近几年来, 国内已做过不少气敏检测器在气相色谱的微量分析方面的工作<sup>[7-9]</sup>, 对氘同位素的检测, 它的灵敏度要比热导检测器高得多。本文将气敏检测器与热导检测器配合使用, 所产生的信号同时在记录仪上记录, 当氘同位素含量高的就用热导检测器测定; 含量低就可以用气敏检测器测定, 它们之间相互配合, 从而扩大了浓度检测范围。气敏检测器配有低温分离柱, 对氘同位素(不包括氘)测得的峰形很对称, 不拖尾, 响应与热导检测器同步, 而且在标定浓度范围内工作曲线是线性的。

### 二、实 验 方 法

图 1 为气相色谱分析流程图, 图 2 为气敏检测器测量线路图。

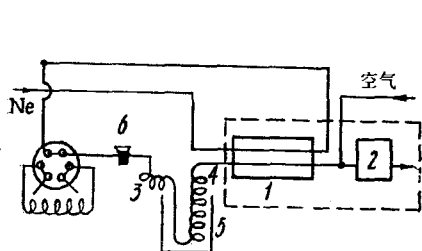


图 1 色谱分离流程图  
1——热导池; 2——气敏检测器; 3——预处理柱; 4——分离柱; 5——冷阱; C——进样口。

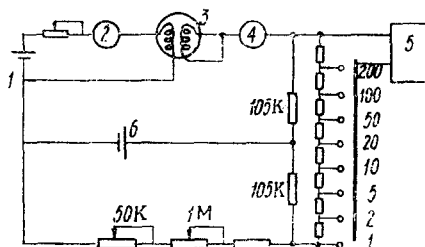


图 2 气敏检测器测量线路图  
1, 6——稳压电源; 2——毫安表; 3——气敏元件; 4——微安表; 5——记录仪。