

ЛИТЕРАТУРА

Басманов П. И., Павловская В. А. Аналитические аэрозольные фильтры АФА. М., 1964, с. 9. — Быховская М. С., Гинзбург С. Л., Хализова О. Д. Методы определения вредных веществ в воздухе. М., 1960, ч. 1, с. 86. — Панин К. П. Гиг. и сан., 1967, № 12, с. 73.

Поступила 20/I 1970 г.

УДК 616.152.264-31-074:543.544.25

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСИ УГЛЕРОДА В КРОВИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Е. Е. Сотников

Институт биофизики Министерства здравоохранения СССР, Москва

Методам определения окиси углерода в крови посвящено большое число работ. В последнее время описаны методики, основанные на газохроматографическом методе анализа газов, выделенных из крови (Dominguez и соавт.; Г. Берчфилд и Э. Сторрс).

Некоторые фирмы изготавливают к хроматографам приставки для выделения газов из крови, например экстрактор «Вортекс», подключаемый к хроматографу АД-2000 (Лоечко). Auges и соавт. описали газохроматографическую методику определения окиси углерода, выделенной из 1 мл образца крови в экстракторе, подключенном к хроматографу. Для этой же цели можно применять недавно описанный газовый хроматограф для анализа газов (CO_2 , O_2 и N_2) в крови, увеличив объем пробы крови, вводимой в реактор-дозатор, до 1 мл. Реакционная ячейка, совмещенная с дозатором хроматографа, позволяет мгновенно вводить пробы выделившихся из крови газов в хроматографическую колонку (Е. Е. Сотников и Г. А. Газиев).

Настоящая работа посвящена определению СО в малых объемах проб крови (0,1 мл) с помощью реактора-дозатора этого хроматографа. Принцип метода состоит в высвобождении из крови окиси углерода в реакторе-дозаторе с гелием. После завершения реакции высвобожденные газы мгновенно выталкиваются из реактора в разделительную колонку. Окись углерода каталитически редуцируется до метана и обнаруживается пламенно-ионизационным детектором.

На рис. 1 представлена схема анализа окиси углерода крови, собранная на основе прибора Цвет 1-64. Газ-носитель (гелий) со скоростью 60 мл/мин поступает через четырехходовой стеклянный кран 1, тройник 2 реактора-дозатора, поглотитель 8 паров влаги и CO_2 в хроматографическую колонку 11. Проба выделившихся из крови газов, находящихся в реакторе-дозаторе 5, выталкивается в поток газа-носителя с помощью поршня 6 при открывании крана 3. Смесь газов поступает в U-образную разделительную колонку 11 из нержавеющей стали, длиной 4 м и с внутренним диаметром 4 мм, заполненную молекулярными ситами марки СаА (5 Å), где при температуре 100° происходит отделение окиси углерода от остальных компонентов смеси. Молекулярные сита (фракция 0,25÷0,5 мм) перед заполнением в колонку тренировались при температуре 350° в течение 12 часов. Сразу же за разделительной колонкой поток газа-носителя смешивается с водородом (40÷50 мл/мин) и смесь газов пропускается через колонку 12 (3×100 мм) с никелевым катализатором на кирпиче марки ИНЗ-600, приготовленным по методу Портера и Вольмана, поддерживаемым при постоянной температуре 300° с помощью электропечи.

Огнеупорный кирпич (фракция 0,125÷0,15 мм) пропитывали насыщенным раствором нитрата никеля и остаток жидкости удаляли фильтрованием под вакуумом. Кирпич высушивали в течение 12 часов при температуре 100÷110°, а затем в течение 5÷6 часов прогревали в муфельной

печи при температуре 400° . Приготовленный катализатор засыпали в колонку и тренировали до проведения первых анализов в потоке водорода с гелием в течение $12\div 15$ часов при температуре 300° . Окись углерода, превращенная на катализаторе в метан, регистрируется пламенно-ионизационным детектором 13. Запись показаний детектора осуществляется самописцем марки ЭПП-09МЗ на 3 мв.

Выделение газов из пробы крови происходит путем химической обработки пробы реактивом в реакторе-дозаторе. Реактив, содержащий 10 г феррицианида калия, 1 г сапонины, 6 мл 1 N молочной кислоты и 0,5 мл октило-

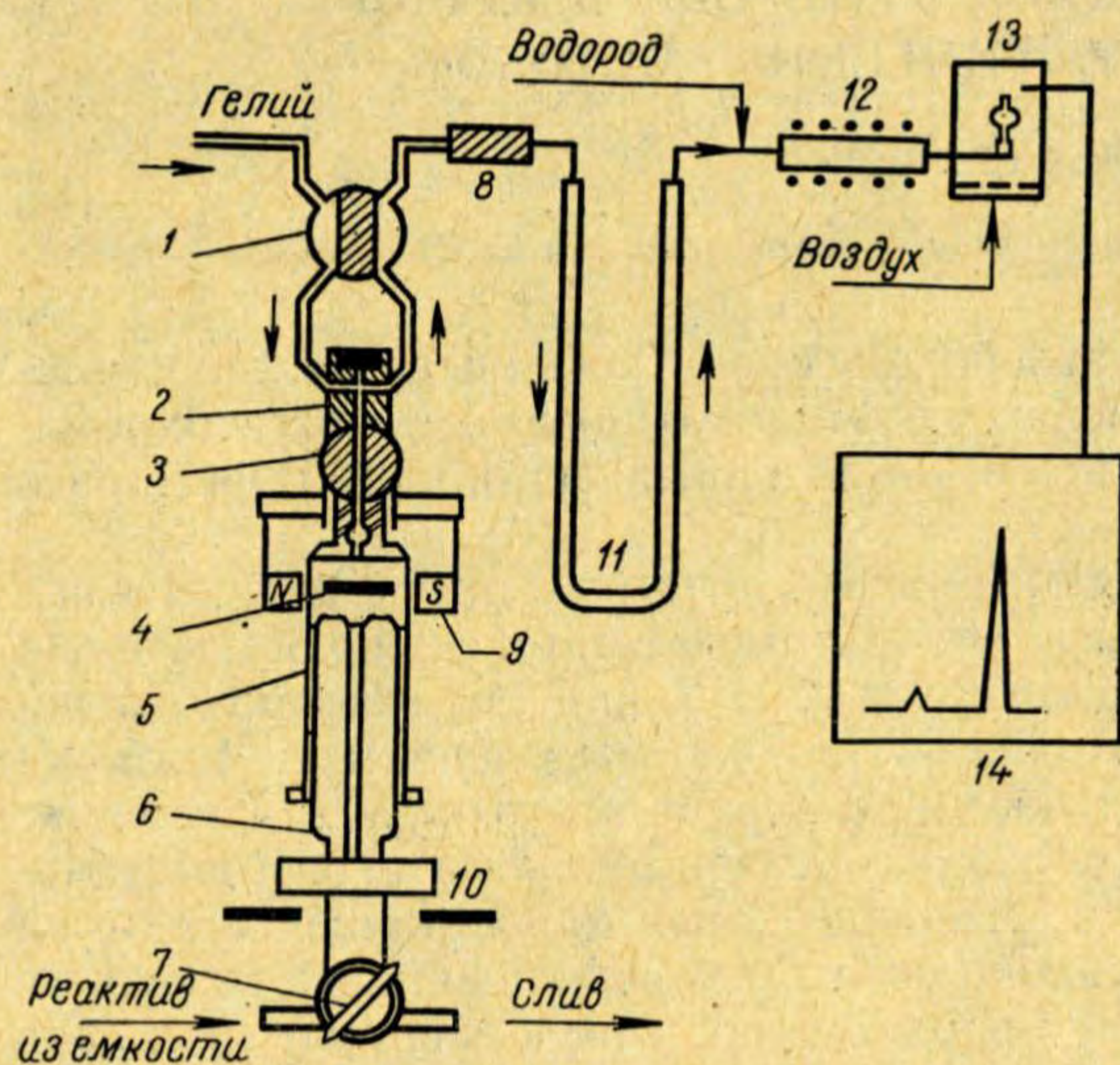


Рис. 1. Схема прибора.

1 — четырехходовой кран; 2 — тройник; 3 — кран; 4 — магнитная мешалка; 5 — корпус реактора-дозатора; 6 — поршень реактора; 7 — трехходовой кран; 8 — поглотитель влаги и CO_2 ; 9 — магниты; 10 — фиксатор; 11 — хроматографическая колонка; 12 — колонка с катализатором; 13 — пламенно-ионизационный детектор; 14 — самописец.

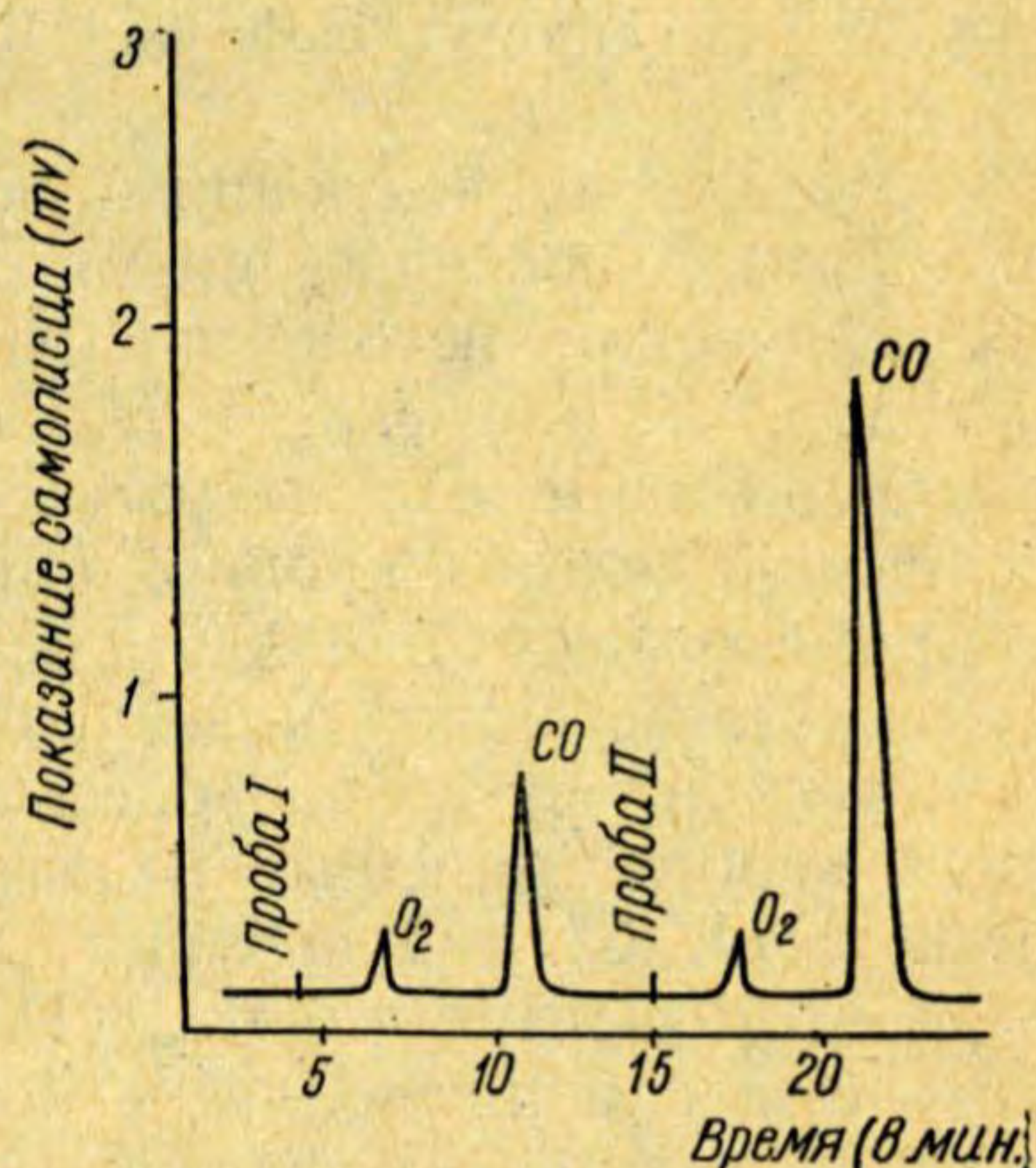


Рис. 2. Хроматограммы анализа капиллярной периферической крови.

Проба I — от некурящего человека; проба II — от курящего.

вого спирта на 100 мл дистиллированной воды, подается по коммуникациям при движении поршня 6 вниз через кран 7 в реактор-дозатор 4 из емкости. Промытый реактор-дозатор предварительно заполняют реактивом объемом $0,6 \text{ см}^3$. Дозировку его контролируют по делениям на корпусе реактора. Перед вводом пробы крови поршень 6 поднимается вверх до предела, так что реактив не доходит до нижнего края канала в пробке крана 3 лишь на $4\div 5 \text{ мм}$. Затем кран 1 переключают в положение, при котором газ-носитель минует тройник 2 реактора-дозатора, и высвобождают фиксатор 10 из-под поршня. Поршень 6 начинает опускаться вниз, пока газовое давление над жидкостью в нем не выравнивается с атмосферным. При этом газовое пространство в реакторе увеличивается до $1,5\div 2 \text{ см}^3$.

Ввод пробы крови осуществляют специальным микрошприцем. Длинная игла его, прокалывая резиновую мембрану в тройнике 2, через тонкий канал в кране 3 опускается в реактор-дозатор до погружения в реактив. Затем ходом поршня микрошприца выдавливают точно дозированный объем крови ($0,1 \text{ мл}$). После ввода пробы крови кран 3 перекрывают, кран 1 возвращается в первоначальное положение, включают магнитную мешалку 4 на 3 мин., в течение которых происходит реакция выделения газов из крови. Затем выделившиеся газы через канал открытого крана 3 жидкостью, ходом поршня реактора, выталкиваются в поток газа-носителя. Пары воды из раствора реактива и углекислый газ удерживаются перед хроматографической колонкой в трубке 8 ($4 \times 120 \text{ мм}$), заполненной пополам хлористым

кальцием и натронной известью. Перед заполнением новой порцией реактива реактор промывают дистиллированной водой через кран 7.

Благодаря совмещению реактора с дозатором хроматографа увеличились эффективность разделения смеси и точность анализа за счет мгновенного введения пробы выделившихся из крови газов в хроматографическую колонку, вместо постепенного выдувания пробы газов потоком газа-носителя по схеме Тэйлора и Прессо. Мгновенное («острое») введение пробы газов крови позволило производить расчет хроматограмм не только по площади под пиком СО, но и по высоте его; оказалось возможным калибровать прибор с наименьшей точностью не только раствором гемоглобина, полностью насыщенного чистой окисью углерода, но и по модельным смесям СО в воздухе.

Полное выделение окиси углерода из крови происходит через $2 \div 2,5$ мин. после включения мешалки.

В серии из трех повторных анализов, выполненных на одном образце нормальной человеческой крови, получен средний показатель — $0,142 \pm 0,002$ объема на 100 мл, а коэффициент колебаний не превышал 1,5%. Точность и воспроизводимость анализов согласуется с результатами Auges и соавт.

На рис. 2 приведены данные хроматографического анализа окиси углерода в 0,1 мл капиллярной периферической крови некурящего (проба I) и курящего человека (проба II). Получено отчетливое разделение СО от кислорода. Представляло интерес сопоставить результаты анализа окиси углерода газохроматографическим методом и НbСО спектрофотометрическим (В. В. Попов) в образцах одной и той же пробы крови. Объемные проценты СО в крови пересчитывали в процент НbСО, при этом определяли для той же пробы крови по известной методике (Е. Е. Сотников и Г. А. Газиев, и др.) кислородную емкость, которая равна емкости окиси углерода. Для получения результатов анализов с высоким содержанием СО в крови предварительное насыщение последней окисью углерода производили в барботере с магнитной мешалкой (см. таблицу).

Как видно из таблицы, расхождение данных, полученных двумя независимыми методами, не превышало 3%, что находится в пределах ошибки обоих методов. Порог чувствительности прибора при масштабе шкалы прибора М 1 : 10 составляет 0,01 объема окиси углерода в 100 мл крови без увеличения объема образца ее. Продолжительность одного анализа (включая подготовительные операции) равна $12 \div 15$ мин.

В ы в о ы

1. Разработана быстрая, чувствительная, газохроматографическая методика определения СО в крови.
2. Для осуществления методики используется незначительно модифицированная стандартная аппаратура, оснащенная устройством для каталитической реакции и реактором-дозатором.
3. Содержание окиси углерода в нормальной человеческой крови, определяемое на 0,1 мл образце по данной методике, соответствует показателям, полученным при анализе спектрофотометрическим методом, и согласуется с данным анализа 1 мл образцов газометрическим и хроматографическим методами, полученными другими авторами.

Сопоставление средних данных анализа окиси углерода в крови газохроматографическим и спектрофотометрическим методами

Образец	Процент НbСО		Отклонение от спектрофотометрического (в %)
	газохроматографический метод	спектрофотометрический метод	
1	2,35	2,32	+1,7
2	4,00	3,9	+2,57
3	5,05	4,92	+3,0
4	5,5	5,35	+2,8
5	7,16	7,27	-1,51
6	7,35	7,15	+2,8
7	9,6	9,4	+2,13
8	12,5	12,19	+2,4
9	12,6	12,8	-1,57

ЛИТЕРАТУРА

Попов В. В. Лабор. дело, 1959, № 5, с. 25. — Сотников Е. Е., Газиев Г. А. Тезисы докл. Всесоюзн. конференции по газовой хроматографии. М., 1969, с. 83. — Ayres S. M., Griscitiello A., Giannelli S., J. appl. Physiol., 1966, v. 21, p. 368. — Берчфилд Г., Стоппс Э. Газовая хроматография в биохимии. М., 1964, с. 144. — Ayres S. M., Griscitiello A., Giannelli S., J. appl. Physiol., 1966, v. 21, p. 1368. — Dominguez A. M., Christenson H. E., Goldbaum L. R. et al. Toxicol. appl. Pharmacol., 1959, v. 1, p. 135.

Поступила 20/II 1970 г.

УДК 615.285.42.074

ОБ ОПРЕДЕЛЕНИИ МИЛЬБЕКСа В ОБЪЕКТАХ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ

Канд. биол. наук Х. Я. Венгерская, О. В. Зелинская

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний, Ташкент

В последние годы в борьбе против растительноядных клещей рекомендован к широкому применению новый акарицид мильбекс — 50% смачивающийся порошок желтого цвета, который производится фирмой «Ниппон Сода» (Япония), он состоит из:

1. $C_6H_5ClSNNC_6H_3Cl_3$ 4-хлорфенил 2,4,5-трихлорфенил азосульфид (CPAS) — 25%;

2. $(ClC_6H_5)_2C(OH)CH_3$ 1,1-бис (4-хлорфенил) этанол (BCPE) — 25%;

3. 50% неорганического наполнителя и поверхностноактивных веществ.

Температура плавления первого компонента (CPAS) 123,5—124° (с разложением), второго (BCPE) — 69,1—69,7°. Оба компонента нерастворимы в воде, хорошо растворяются в органических растворителях и нефтепродуктах (спирт, метанол, эфир, бензол, толуол, ацетон, гексан, гептан и др.). Ранее разработан метод определения 4-хлорфенил 2,4,5-трихлорфенил азосульфида (CPAS) (Х. Я. Венгерская и соавт.). Для определения 1,1-бис (4-хлорфенил) этанола (BCPE) был использован спектрофотометрический метод продукта окисления его хромовым ангидридом (Gunther и Blinn).

При проведении натурных исследований по изучению уровней фактического загрязнения объектов внешней среды мильбексом при его применении в сельском хозяйстве (атмосферный воздух, вода, почва) выявилась необходимость в разработке более простого и чувствительного метода определения BCPE в полевых и лабораторных условиях. С этой целью нами разработан более простой метод извлечения мильбекса из объектов внешней среды и метод определения BCPE, основанный на колориметрии окрашенного продукта реакции взаимодействия его с парадиметиламинобезальдегидом в серной кислоте.

Экстракция препарата производится следующим образом:

1. Из атмосферного воздуха: воздух протягивают со скоростью 1 л/мин через фильтр АФА-В-18 и последовательно соединенные гофрированные трубки, плотно заполненные силикагелем и закрытые с обеих сторон обезжиренной ватой. Силикагель и фильтр промывают тремя порциями н-гексана по 5—10 мл. Экстракт делят на 2 равные части и обе упаривают на водяной бане под вакуумом (температура бани не более 40°) или испаряют в выпаривательных чашках при комнатной температуре досуха.

2. Из воды: 200—500 мл воды трижды экстрагируют н-гексаном порциями по 20—30 мл. Общий экстракт делят и выпаривают досуха, как указано выше.

3. Из почвы: 200—500 г воздушносухой почвы, растертой и просеянной, трижды заливают н-гексаном из расчета на 1 г почвы 1,5—2 мл н-гексана, энергично встряхивают в течение 3—5 мин. Растворитель отфильтровывают через складчатый фильтр, предварительно смоченный н-гексаном,