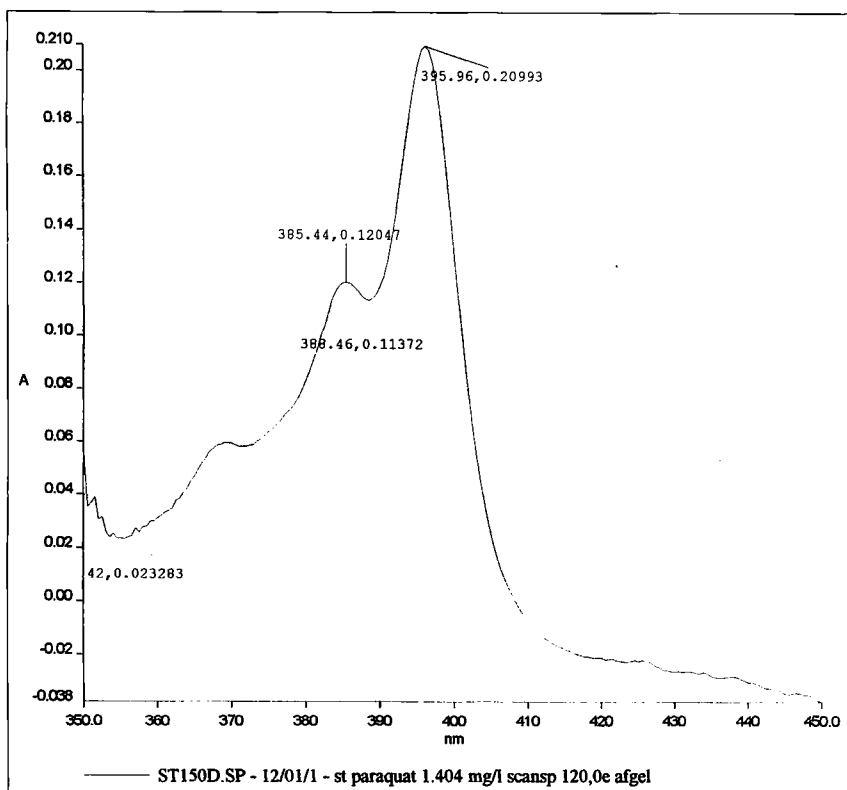




DE BEPALING VAN PARAQUAT IN SERUM MET BEHULP VAN TWEEDE AFGELEIDE SPECTROFOTOMETRIE



Figuur 1: Direct UV-spectrum van paraquat (1,4 mg/l) in blanco kalfsserum.

een lage detectiegrens aan. In figuur 1 en 2 zijn respectievelijk het directe spectrum en het tweede afgeleide spectrum te zien van een oplossing die 1,4 mg/l paraquat in blanco kalfsserum bevat.

Samenstelling:

Paraquat =

1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridyldiylumion;
MM=186,3

Paraquatdichloride =

$C_{12}H_{14}Cl_2N_2$;
MM=257,2

Synoniemen:

Dextrone X, gramoxone, ingrediënt van pathclear en weedol.

Reagentia:

- Natriumdithioniet (Merck) 2% in 1 M NaOH. (Vers bereiden, binnen 1 uur gebruiken)
- Extractiemiddel: Chloroform p.a. + Ethanol 100% (4+1; Merck)
- Ammoniumsulfaat (Merck).

A.I. de Graaf,

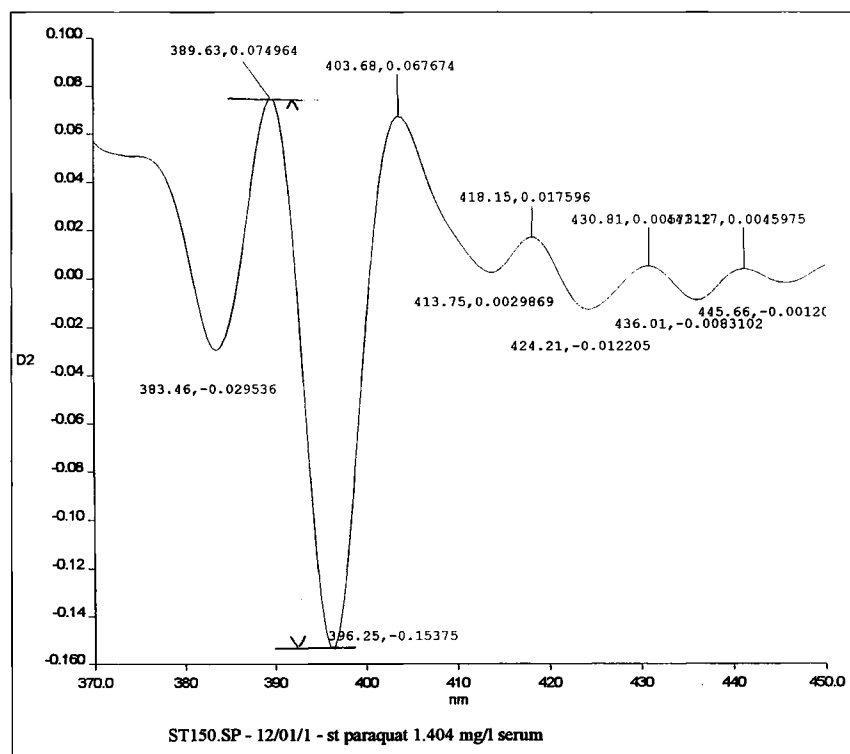
Apotheek Haagse Ziekenhuizen

Escamplaan 900

2547 EX Den Haag.

Principe:

Paraquat is een herbicide. Na ont-eiwitten van serum wordt paraquat door toevoeging van een alkalische natriumdithioniet oplossing gereduceerd tot een blauw gekleurd vrij radicaal. Deze kleur is maatgevend voor de concentratie en heeft een golflengte maximum bij 396 nm (zie figuur 1 hierboven). De blauwe kleur is bij spiegels lager dan 1 mg/l met het oog nauwelijks waarneembaar. Bij lage spiegels kan het spectrum gestoord worden door de matrix. Het is daarom zinvol om altijd het tweede afgeleide spectrum op te nemen. Het commentaar bij de KKGt toxicologie test B 1994 door dhr. A. van Dijk en dhr. A. Vinks geeft het belang van een nauwkeurige en snelle bepalmethode met



Figuur 2: Tweede afgeleide UV-spectrum van paraquat (1,4 mg/l) in blanco kalfsserum.

Standaardoplossingen:

- Standaardoplossing: paraquatdiHCl (Agrochemicals) ca 25 µg/ml water (= ca. 17 µg/ml paraquat base).
- IJklijn: pipetteer 2,0 ml blanco kalfsserum in een extractiebuis en spike met respectievelijk 10; 25; 50; 75; 100 en 150 µl standaardoplossing. Vul aan tot 2,15 ml met water.

De standaarden hebben een concentratie van respectievelijk 0.09; 0.22; 0.43; 0.65; 0.87 en 1.30 mg/l paraquat base.

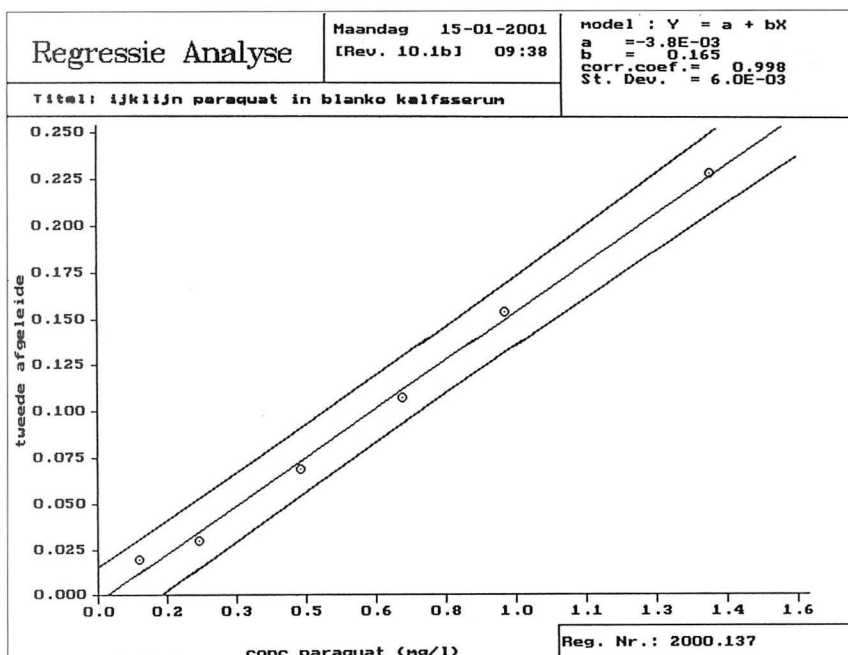
Apparatuur:

Lambda 40 UV spectrofotometer, Perkin Elmer.

Scan start: 450 nm
Scan end: 350 nm
Data interval: 0.5 nm
Slit width: 2.0 nm
Scan speed: 120 nm/min
Ordinate mode: D2

Uitvoering:

Pipetteer 2,0 ml monster resp. 1,0 ml monster + 1,0 ml blanco kalfsserum in een extractiebuis. Voeg toe 150 µl water. Voeg toe aan standaarden, monsters en blanco kalfsserum 2,0 ml extractiemiddel en schud 10 minuten. Voeg toe 1,2 g ammoniumsulfaat en schud 10 minuten. Centrifugeer 10 minuten. Pipetteer van de heldere bovenlaag 0,8 ml in een microcuvet en voeg toe 1,0 ml natriumdithionietoplossing. Meng voorzichtig en neem het tweede afgeleide spectrum op tegen de blanco. De dithionietoplossing één voor één toevoegen en direct meten.



Figuur 3: Regressielijn van de tweede afgeleide spectra van paraquat in blanco kalfsserum.

Berekening:

Kwantificeer de paraquat aan de hand van het tweede afgeleide spectrum door de afstand tussen de top bij 390 nm en het dal bij 396 nm te berekenen (zie figuur 2).

Resultaat:

- Lineariteit: in het gemeten concentratie gebied is de volgende regressielijn gevonden (zie figuur 3):
 $y = -0.0038 + 0.165 x$
 $r = 0.998$
st. dev. = 0.006
- De detectiegrens is vastgesteld op 0,05 mg/l.

Interpretatie:

serum: toxisch 0,1 - 1,6 mg/l
mogelijk fataal > 0,1 mg/l

urine: toxisch 0,9 - 64 mg/l
mogelijk fataal > 0,6 mg/l.

Literatuur:

- Kneipil: C.C.A. 79 (1977). 387
- Graaf de A.I. 'Tweede afgeleide spectrofotometrie in de farmaceutische analyse', LNA mei 1990.