

# 毒鼠强快速化学检测方法研究

龙铁军 周方求 肖求文 吴笃卿 朱攀 (湖南省娄底市卫生防疫站 417000)

**摘要:** [目的] 研究毒鼠强快速化学定性、定量检测方法。[方法] 采用苯、或丙酮提取样品中的毒鼠强, 以硫酸一变色酸或盐酸苯肼法定性, 硫酸一变色酸法定量。[结果] 检测下限达  $0.5 \mu\text{g}/5.0 \text{ ml}$ , 线性范围为  $0.5 \sim 10 \mu\text{g}/5.0 \text{ ml}$ , 相关系数  $r = 0.9994$ , 相对标准偏差 RSD 为  $1.0 \sim 4.9\%$ , 常见阴阳离子不干扰, 回收率达  $95\%$  以上。[结论] 该法简便、快速、准确、灵敏度高, 经济、实用性强, 是一种较为理想的毒鼠强检测方法。

**关键词:** 毒鼠强, 硫酸一变色酸法, 快速化学检测。

中图分类号: R996; R991

文献标识码: A

**A Study of the Chemical Method on Rapid Detection of Tetramine** LONG Tie-jun, ZHOU Rang-qiu, et al. Loudi Public Health and Epidemic Prevention Station, 417000

**Abstract:** [Objective] To establish a rapid chemical method for quantitative and qualitative detection of tetramine. [Methods] Tetramine in samples is extracted to solvents of benzene or acetone, and sulphuric acid-chromotropic acid or phenylhydrazine is used for both quantitative and qualitative analysis. [Result] The detectable limit found to be  $0.5 \mu\text{g}/5 \text{ ml}$ . The linear range of the standard curve is  $0.5 \sim 10 \mu\text{g}/5 \text{ ml}$ . Correlation coefficient  $r = 0.9994$ , RSD is  $1.0 \sim 4.9\%$  with its strong specificity, the method is not subject to interference of common anions or cations, recovery rate of added standard above  $95\%$ . [Conclusion] This method is characterized by simplicity, rapidity, accuracy, high sensitivity, economy and practicality, is an ideal way of tetramine detection.

**Key words:** Tetramine, Sulphuric acid-chromotropic acid method, Rapid chemical detection.

毒鼠强又名没鼠命(Tetramine), 4. 2. 4, 化学名称为四亚甲基二砷四胺, (tetramethylene-disulfo-tetramine) 是一种剧毒急性鼠药。文献报道<sup>[1,2]</sup>人畜摄入毫克级的毒鼠强后, 导致中枢神经中毒, 出现了阵发性抽搐等中毒症状, 直至呼吸停止而迅速死亡。目前, 微量毒鼠强的检测只能用色谱法, 因仪器昂贵而不能普及。本文从研究毒鼠强化学分子结构、合成原理入手, 提出以硫酸作分解剂, 变色酸显色测定微量毒鼠强的新方法。该法的灵敏度高, 检出下限达  $0.5 \mu\text{g}/5.0 \text{ ml}$ , 线性范围宽, 相关系数好, 方法特异, 准确度高, 操作简例快速。经湖南省医学信息研究所文献检索, 国内外未见报道。现报告如下。

## 1 材料与方法

1.1 仪器 分光光度计, 控温电炉。

1.2 试剂 30% 硫酸, 60% 硫酸及浓硫酸, 2% 变色酸溶液,  $1.00 \text{ mg/ml}$  毒鼠强标准储备液: 由湖南省卫生防疫站提供, 临用时取适量储备液以苯稀释成含  $10 \mu\text{g/ml}$  毒鼠强的标准应用液。

1.3 实验方法

1.3.1 样品的处理

1.3.1.1 固体 检样(粮食、面粉、毒饵等), 取样适量, 加苯或丙酮浸渍(应覆盖检样)再直接提取并过滤

至蒸发皿, 滤液自然挥干到一定体积转移至小试管挥干待检。

1.3.1.2 半固体 检样(呕吐物、胃内容物、剩余饭菜等), 根据检材含水量多少, 加适量无水硫酸钠脱水, 再用苯提取, 如含水较多可用无水硫酸钠与检材研磨成干沙状, 然后用苯提取二次、过滤, 合并二次过滤液, 用层析柱净化用适量苯淋洗, 浓缩挥干备检。

1.3.1.3 液体 检测(饮料、饮水、酱油等), 取检样适量用等量苯直接提取, 分离提取液, 用无水硫酸钠脱水, 过滤, 滤液挥去有机溶媒, 浓缩挥干备检。内脏组织(胃、肝、肾组织等), 可参照半固体样品方法处理。

1.3.1.4 纯化处理 检样经上述方法处理后, 杂质少的即可直接定性分析。杂质多的需纯化处理, 一般采用混合柱层层析。

1.3.2 分析方法

1.3.2.1 快速定性试验(在含样品提取残渣的试管内进行)。

1) 变色酸法(灵敏度  $0.5 \mu\text{g}$ ) 加 30% 硫酸  $0.5 \text{ ml}$  湿润试管内, 全部提取残渣, 置  $80^\circ\text{C}$  水浴 10 分钟, 冷却, 沿试管壁小心加水至  $1.0 \text{ ml}$ , 再加 2% 变色酸溶液  $0.1 \text{ ml}$ , 颠倒摇匀, 然后加浓硫酸溶液  $1.0 \text{ ml}$  摇匀。置沸水浴 15 分钟, 观察试液颜色变化, 同时作空白和阳性对照。结果判断: 阳性反应溶液呈淡紫红色—深紫红

色, 阴性淡黄色。

2) 盐酸苯肼法( 灵敏度 0.5 微克) 试管内加 60% 硫酸 0.5 ml, 并润湿全部残渣, 置 80 ℃ 水浴 15 分钟后, 冷却, 加 2% 盐酸苯肼溶液 0.5 ml, 摇匀, 静置 10 分钟, 再加铁氰化钾溶液 3~4 滴, 充分摇匀。观察试液颜色变化, 同时作空白和阳性对照。结果判断: 阳性反应溶液呈淡红色至鲜红色, 阴性淡黄色。

1.3.2.2 样品定量分析 检样经处理后, 取挥干残渣, 加 30% 硫酸 1.0 ml, 加塞, 于 80 ℃ 水浴 10 分钟, 冷却, 沿管壁加水稀释至 2.3 ml, 再加变色酸显色剂 0.2 ml, 轻轻颠倒混匀, 加浓硫酸 2.7 ml, 加塞, 100 ℃ 水浴 20 分钟, 以流水冷却至室温。以 1 cm 比色皿在 573 nm 处以水作参比比色。并取适量标准制作标准曲线进行操作, 根据取样量 M(g) 及样品中毒鼠强量 C(μg) 按下式计算样品含量。

检样含量(Mg/kg) = [CM] × 1000, 取 10 μg/ml

2 实验结果

2.1 测定波长的选择 图 1 为按实验方法绘制的毒鼠强—变色酸反应物的吸收光谱, 由图 1 曲线 A 3.0 μg 毒鼠强显色液可看出在 573 nm 处呈现最大吸收峰, 而曲线 B 表明, 此波长试剂空白吸光度不大( 见曲线 B), 仅 0.024, 故选用 573 nm 作为测定波长。

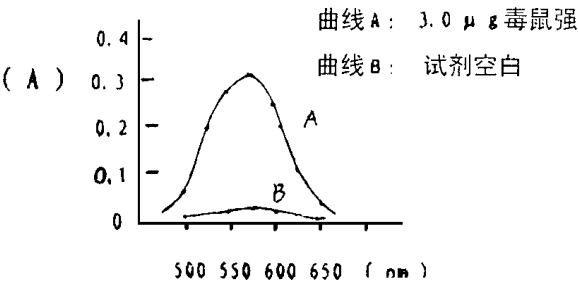


图 1 毒鼠强吸收曲线图

2.2 显色剂的选择及用量 实验比较了以乙酰丙酮显色剂的情况, 结果表明: 亚硫酸品红, 对苯二胺不显色; 盐酸苯肼显色较好; 变色酸灵敏度高, 准确度高, 故选用。2% 的变化用量以 0.1~0.4 ml 均可, 少于 0.1 ml 显色不完全, 大于 0.5 ml 溶液出现混浊, 选用 0.2 ml。

2.3 样品分解剂与显色溶液硫酸浓度的选择 按以上试验方法( 以下同) 测定 5.0 μg 平行标准物的吸光度值, 样品未经分解不显色, 以硝酸、高氯酸、过氧化氢等作分解剂不行。而以硫酸最好, 实验以 30%、40%、50%、60%、70% 硫酸及浓硫酸分解显色样品, 总量以 60% 硫酸为最佳浓度, 吸光度值最高达 0.477, 且显色

稳定。

2.4 样品分解温度与时间 实验了以 50 ℃、80 ℃、95 ℃、100 ℃ 作显色温度, 结果发现随着温度上升, 显色加快, 灵敏度高, 故选用 100 ℃。在此温度下, 以 15~25 min 为宜, 选用 20 min。

2.5 线性范围及最低检出限 毒鼠强在浓度范围为 0~10 μg/ml 呈良好线性关系。显色后 24 小时, 吸光度变化不大, 回归方程为:  $Y = 0.077X + 0.028$ ; 相关系数  $r = 0.9994$ , 最低检出限为 0.5 μg/5 ml。

2.6 方法的精密度与准确度

2.6.1 精密度试验 配制毒鼠强为 1, 3, 5 μg/5 ml 的低、中、高样品各 6 份进行测定, 其变异系数依次为 4.9%、2.6%、1.0%。

2.6.2 回收率试验 取 5 种不同检样各两份, 准确加入毒鼠强标准 4.0 μg, 结果见表 1, 平均回收率 95.06%。

表 1 样品回收率试验( μg/5ml)

检样名	加入量(μg)	回收均值(μg)	回收率(%)
食盐	4.0	3.90	97.5
芥菜头	4.0	3.84	96.1
米饭	4.0	3.77	94.2
呕吐物	4.0	3.58	89.5
水	4.0	3.92	98.0

2.7 干扰及排除

当毒鼠强含量在 1.5 μg 时, 10 μg 的乙醛、乙二醛、乙酸、甲酸、及丙酮, 50 μg 的  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $Zn^{2+}$ 、 $Fe^{2+}$ , 100 μg 的  $NO_3^-$ 、 $Cl^-$ 、 $CO_3^{2-}$  不干扰; 1 μg 甲醛和 3 μg 酚有干扰, 但酚在样品中一般少见, 对甲醛的干扰可采取先将样品在 70 ℃ 干燥箱内加温 15 min 即可除去。

3 讨论

本研究提出了硫酸—变色酸或硫酸—盐酸苯肼显色测定微量毒鼠强的新方法。简便、快速、灵敏、准确, 可广泛用于中毒急救, 食品、环境污染监测, 医药院校法化分析, 公安刑侦毒检。

参考文献

[1] 汪诚信, 潘祖安. 灭鼠概论. 北京: 人民卫生出版社, 1981, 169.  
[2] 郭全宜. 中国鼠类及其防治. 北京: 农业出版社, 1984, 68~69.

( 收稿日期: 2000-07-12)