

## 急性致痉挛性杀鼠剂中毒事件卫生应急处置技术方案



致痉挛性杀鼠剂主要包括氟乙酰胺、氟乙酸钠、甘氟、毒鼠强、杀鼠硅(毒鼠硅)。急性致痉挛性杀鼠剂中毒是短期内接触致痉挛性杀鼠剂后引起的以中枢神经系统损害为主的全身性疾病。

### 1 概述

致痉挛性杀鼠剂多数为白色粉末或结晶,但不同毒物在水和有机溶剂中的溶解度差异很大,化学性质大多较为稳定,大部分有造成二次中毒的危险。致痉挛性杀鼠剂均为高毒或剧毒化学物,对大鼠的经口LD50大多小于5mg/kg(附件1)。致痉挛性杀鼠剂中毒途径主要为经口摄入,绝大多数为食源性中毒,如食用致痉挛性杀鼠剂污染的食品和饮用水。

### 2 中毒事件的调查和处理

#### 2.1 现场处置人员的个体防护

现场调查人员进入杀鼠剂生产、储存现场调查时,应佩戴防颗粒物口罩,乳胶或化学防护手套和防护眼罩,防护服无特殊要求。进行食品加工、储存现场调查时,应佩戴乳胶或化学防护手套,防护服无特殊要求。

现场采样人员采集食品样品时，应佩戴防颗粒物口罩，乳胶或化学防护手套和防护眼罩，防护服无特殊要求。医疗救护人员在救护中毒病人时，一般不必穿戴防护装备。

## 2.2 中毒事件的调查

调查人员到达中毒现场后，应先了解中毒事件的概况，然后进行中毒事件相关场所、人员等调查工作，并及时向中毒事件指挥部提出收集并封存所有可疑中毒食品、其他可能导致本次中毒事件物品以及中毒病人呕吐物、血液、尿液和其他救治病人的医疗废弃物的建议。

### 2.2.1 中毒事件相关场所的调查

生活性中毒事件的调查对象包括中毒事件涉及的食品生产、加工至食用整个过程的各个场所，调查内容包括食品加工过程（包括使用的原料和配料、调料、食品容器、使用的工具），食品的分装、储存的条件等。生产性中毒事件的调查对象主要为生产、储存场所，调查内容包括生产工艺流程、环境状况、通风措施、防护条件、人员接触情况等。

### 2.2.2 中毒事件相关人员的调查

调查对象应包括中毒病人、目击证人以及其他相关人员（如饭店负责人、厨师、服务员、食品采购员、同工作场所工人等）。调查内容包括接触时间、接触物质、接触人数、中毒人数、中毒的主要症状、中毒事件的进展情况、已经采取的紧急

措施、饮食的加工方法、食品的来源等。同时，还应向临床救治单位进一步了解相关资料（如抢救过程、临床治疗资料、实验室检查结果等）。

### 2.2.3 现场周围环境和生活习惯的调查

如某一地区反复出现此类事件，则调查内容还应包括现场周围是否同时有动物大量死亡，动物死前的症状表现，现场周围鼠药使用情况（包括鼠药的种类、投放时间和数量、储存等），居民的生产、生活习惯（如饮水、饮食等）。对现场调查的资料作好记录，进行现场拍照、录音等。取证材料要有被调查人的签字。

## 2.3 现场中毒样品的快速检测

中毒事件现场采集的可疑中毒食品、水、毒饵、鼠药以及中毒病人的呕吐物等样品可在现场进行快速定性检测。考虑毒鼠强中毒时，

可使用硫酸-变色酸目视比色法定性测定（附件 2），有条件可使用硫酸-变色酸分光光度比色法定量测定（附件 3）；考虑氟乙酰胺中毒时，可使用改良奈氏试剂法（附件 4）或异羟肟酸铁反应法（附件 5）测定。

## 2.4 中毒事件的确认和鉴别

### 2.4.1 中毒事件的确认标准

同时具有以下三点，可确认为急性致痉挛性杀鼠剂中毒事件：

a)中毒病人有致痉挛性杀鼠剂接触机会；

b)中毒病人短时间内出现以癫痫样大发作等中枢神经系统兴奋为主的临床表现；

c)血、呕吐物和食物等样品中检出致痉挛性杀鼠剂。

#### 2.4.2 中毒事件的鉴别

应注意与乙型脑炎、流行性脑脊髓膜炎等传染病疫情、群体性瘧病以及其它毒物中毒事件（如霉变甘蔗中毒、有机氯杀虫剂中毒等）鉴别。

### 2.5 现场医疗救援

现场医疗救援首要措施是迅速控制中毒病人的抽搐发作，并保持呼吸道通畅。意识清晰的中毒病人应立即进行催吐，有条件可给予活性炭（成人用量为 50g，儿童用量为 1g/kg）口服。当出现大批中毒病人，应首先进行现场检伤分类，优先处理红标病人。

#### 2.5.1 现场检伤分类

a)红标，具有下列指标之一者：昏迷；持续抽搐；窒息。

b)黄标，具有下列指标者：抽搐。

c)绿标，具有下列指标者：

出现头痛、头晕、乏力、恶心、呕吐等症状。

d)黑标，同时具备下列指标者：

意识丧失，瞳孔散大，无自主呼吸，大动脉搏动消失。

### 2.5.2 现场医疗救援

对于红标病人要保持复苏体位，立即建立静脉通道，抽搐发作者，立即缓慢静脉注射地西洋或咪达唑仑，必要时可联合应用苯巴比妥钠。黄标病人应密切观察病情变化。出现呼吸节律明显不规律、窒息或严重缺氧等情况时，及时采取对症支持措施。绿标病人脱离环境后，暂不予特殊处理，观察病情变化。

### 2.5.3 病人转送

中毒病人经现场急救处理后，应立即就近转送至有血液净化条件的医院继续观察和治疗。

## 3 中毒样品的采集与检测

### 3.1 采集样品的选择

可能导致中毒的食品、中毒病人的呕吐物、胃内容物和血液是首选样品。另外，可根据中毒事件的现场调查结果，确定应采集的其它样品种类。

### 3.2 样品的采集方法

呕吐物、胃内容物、固体食品和半流质食品使用具塞玻璃瓶或聚

乙烯瓶密闭盛放，采样量 50g ~ 100g；液体样品(血液除外)使用具塞玻璃瓶或

聚乙烯瓶盛放，采样量 300ml ~ 500ml；血液样品使用具塞的抗凝试管盛放，

采血量应大于 10ml。如果测定血浆中的毒鼠强，血液样品采集后立即用 3000rpm/min 离心，移取上层血浆。

### 3.3 样品的保存和运输

所有样品采集后最好在 4℃条件下冷藏保存和运输，如无条件冷藏保存运输，样品应在采集后 24h 内进行实验室检测。所有实验室检测

完毕的样品，应在冷冻条件下保存一周，以准备实验室复核。

### 3.4 推荐的实验室检测方法

a) 中毒样品的毒鼠强测定可使用气相色谱法定性及定量分析（GA/T 205-1999）。

b) 血浆中毒鼠强可使用液液萃取/气相色谱氮磷检测器法定量测定（附件 6）

c) 食品和生物样品中氟乙酰胺和毒鼠强的同时测定可使用液液萃取/气相色谱氮磷检测器法定量分析（附件 7）。

## 4 医院内救治

### 4.1 病人交接

中毒病人送到医院后，由接收医院的接诊医护人员与转送人员对中毒病人的相关信息进行交接，并签字确认。

### 4.2 诊断和诊断分级

救治医生对中毒病人或陪护人员进行病史询问,对中毒病人进行体格检查和实验室检查,确认中毒病人的诊断,并进行诊断分级。

#### 诊断分级

##### a) 观察对象

有致痉挛性杀鼠剂接触机会,而无临床症状者。

##### b)轻度中毒:

出现头痛、头晕、恶心、呕吐、四肢无力等症状,可有局灶性癫痫样发作;

##### c)中度中毒:在轻度中毒基础上,具有下列之一者:

i 癫痫样大发作;

ii 精神病样症状,如幻觉、妄想等。

##### d) 重度中毒:在中度中毒基础上,具有下列之一者:

i 癫痫持续状态;

ii 合并其他脏器功能衰竭。

#### 4.3 治疗

接收医院对所接收的中毒病人确认诊断和进行诊断分级后,根据病情的严重程度将病人送往不同科室进行进一步救治。观察对象进行至少 24h~48h 医学观察,轻、中度中毒病人住院治疗,重度中毒病人立即进行监护抢救治疗。

#### 4.3.1 清除体内毒物

a)催吐:对于意识清晰、经口中毒早期者,可进行催吐。

b)洗胃:对经口中毒不足 24h 的病人都要进行洗胃。中、重度中毒的病人洗胃后要保留洗胃管,以备反复灌入活性炭。

c)活性炭:轻度中毒病人洗胃后给予活性炭 1 次,中、重度中毒病人可反复使用,使用剂量一般为成人每次 30g~50g,儿童每次 1g/kg。

d)血液净化:氟乙酰胺、氟乙酸钠和甘氟中毒一般选用血液透析治疗,毒鼠强中毒需使用血液灌流进行治疗。中、重度中毒病人在保证生命体征平稳的情况下,应早期进行血液净化治疗,可多次进行。

#### 4.3.2 镇静止痉

a) 苯巴比妥钠:为基础用药,可与其他镇静止痉药物合用。轻度中毒,每次 0.1g,每 8h 1 次,肌肉注射;中、重度中毒,每次 0.1g~0.2g,每 6h~8h 时 1 次,肌肉注射。儿童每次 2mg/kg。抽搐停止后减量使用 3~7 天。



b) 地西洋 :癫痫大发作和癫痫持续状态的首选药物。成人每次 10mg ~ 20mg , 儿童每次 0.3mg/kg ~ 0.5mg/kg , 缓慢静脉注射 , 注射速度成人不大于 5mg/min , 儿童不大于 2 mg/min。必要时可重复静脉注射。

c) 其他 :癫痫持续状态超过 30min , 连续两次使用地西洋 , 抽搐仍不能得到有效控制 , 应及时使用静脉麻醉剂。

#### 4.3.3 特效解毒药物

乙酰胺为氟乙酰胺、氟乙酸钠和甘氟中毒的特效解毒剂 , 需早期、

足量应用。轻、中度中毒病人每次 2.5g ~ 5.0g , 肌内注射 , 每日 2 ~ 4 次 , 连用 5 ~ 7 日 ; 重度中毒病人一次可给予 5.0g ~ 10.0g。

#### 4.3.4 其他对症支持治疗

加强营养、合理膳食 , 注意水、电解质及酸碱平衡 , 密切监护心、脑、肝、肾等重要脏器功能 , 及时给予相应的治疗措施。

### 5 应急反应的终止

中毒食品和其他可疑毒物已经完全收缴和销毁 , 中毒相关危险因素已被有效控制 , 未出现新的中毒病人且原有病人病情稳定 24h 以上。

附件 1:

致痉挛性杀鼠剂的理化性质和毒性

毒性人最低致死

毒物名称分子式物理特性化学性质备注

CAS 动途 LD50

剂量

物径 ( mg/kg )

毒鼠强 80-12-6C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub> 无味的白色晶体或粉末，难溶于甲化学性质非常  
大经 0.1 ~ 0.35mg ~ 10mg 可引起二次中毒

醇、乙醇和水，微溶于氯仿和丙酮，稳定，在稀酸 鼠口

可溶于乙酸乙酯和苯，易溶于二甲或稀碱中不分

基亚砷。解。

氟乙酰胺 640-19-7C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>N 白色针状结晶，无臭无味，易溶于常温下化学性  
大经 5.75 mg/kg 可造成二次中

水、乙醇、丙酮，微溶于氯仿。空质较为稳定。鼠口毒。

气中易潮解，熔点 107°C ~ 108°C。

氟乙酸钠 62-74-8FCH<sub>2</sub>COONa 白色晶体，略带醋酸气味，极易溶常温下化学  
性大经 0.15 mg/kg 可引起二次中毒

于水，微溶于丙酮、乙醇。在空气质较为稳定，鼠口

中易潮解成糖浆状。但高于 200 °C

可以分解。

毒鼠硅 29025-67-0C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>NCISi 白色结晶或粉末，无臭、味苦，难遇酸易  
分解大经 1 ~ 4

溶于水，可溶于苯和氯仿等多种有鼠口

机溶剂。熔点 230°C ~ 235°C。

甘氟 80650-71-2C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OF<sub>2</sub> 占无色或微黄色透明油状液体，具有化学性质稳定

大经 30 可引起二次中

70%~80%，挥发性，略带酸味，能与水、醇、鼠口毒。

C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OFCl 占乙醚混溶。经 66

20%~30%皮

## 附件 2

硫酸-变色酸定性测定食品、呕吐物等样品中毒鼠强

### 1 适用范围

本方法适用于食品、水、毒饵、鼠药、呕吐物等样品中毒鼠强的定性分析。环境样本和生物样本中毒鼠强的定性测定可作为初步判断事件性质的重要参考，不能作为确定事件性质的依据。重大突发事件性质的判定，建议采用其他分析方法加以确证。

### 2 原理

毒鼠强在强酸条件下加热可分解，其分解产物中的甲醛在酸性条件下与变色酸发生变色反应，通过颜色变化对毒鼠强进行定性分析。

### 3 方法重要参数

3.1 检出限：0.5μg/5ml

3.2 干扰：醛类等对其可造成假阳性干扰，酚类可降低其灵敏度。酱油、醋、有颜色的饮料等液体样品在乙酸乙酯或苯萃取后使用少量活性炭进行脱色处理，以防止颜色干扰。

3.4 全程测定时间：20min。

## 4 试剂和仪器

4.1 仪器：酒精灯 1 个（电热杯或控温电炉）、试管若干、500ml 烧杯 1 个、100ml 烧杯 2 个、漏斗或滴管 1 个、玻璃棒 1 个、滤纸若干。

4.2 试剂：乙酸乙酯、60%浓硫酸，变色酸。

## 5 操作步骤

### 5.1 样品前处理

由于现场所采集的样品成分复杂，除少数样品，例如市售鼠药或工业原粉，可直接用本方法检测外，其他样品均需进行样品前处理以去除杂质干扰，提高灵敏度和降低假阳性率。

#### 5.1.1 鼠药和工业原粉

直接取少量 0.1g~0.5g 进行检测。

#### 5.1.2 固体样品（毒饵、米、面、茶叶、盐、呕吐物等）

取固体样品( 颗粒大的固体需先研磨碎 )1g ~ 3g 放入烧杯中 ,加入乙酸乙酯( 苯或丙酮亦可 ) 5ml , 玻璃棒充分搅匀 , 静置 5min , 将上清液用滤纸过滤 , 重复上述过程一次 , 合并上清液至一大试管内 , 将试管置于沸水浴中 , 使提取液完全挥发。

注意 : 不要将已经挥发干的试管长时间置于沸水浴中 , 否则会影响回收率 , 出现假阴性。

### 5.1.3 液体样品 ( 水、酒、饮料、酱油、醋等 )

取液体样品 1ml ~ 3ml 放入大试管中 , 加入乙酸乙酯 5ml , 充分振荡混匀 , 静置 5min , 用分液漏斗或滴管分离上清液 , 重复过程一次 , 合并上清液至大试管内 , 将试管置于沸水浴中 , 使提取液完全挥发。酱油、醋、有颜色的饮料等液体样品在乙酸乙酯萃取后使用少量活性炭( 聚酰胺粉或硅藻土亦可 ) 进行脱色处理 , 以防止颜色干扰。

## 5.2 定性分析

向经前处理后的样品试管中加入 2% 变色酸 0.2ml , 加 60% 硫酸 5.0ml , 放置 100°C 水浴 , 反应 5min 观察颜色变化。同时取一干净的空试管进行同样操作作为对照。

## 6 质量控制

检测时 , 应同时加做阴性样品及毒鼠强标准品。

0 结果报告和解释定性分析阳性：试管内颜色呈现淡紫色至紫黑色。

阴性：试管内颜色为淡黄色。

### 附件 3

## 硫酸-变色酸分光光度比色法定量测定食品等样品中毒鼠强

### 1 适用范围

本方法适用于食品、毒饵、水、呕吐物等样品中毒鼠强浓度的定量分析。环境样本以及生物样本中毒鼠强的测定可作为初步判断事件性质的重要参考。重大突发事件性质的判定，建议采用其他分析方法加以确证。

### 2 原理

毒鼠强在强酸条件下加热可分解，其分解产物中的甲醛在酸性条件下与变色酸发生变色反应，比色定量。

### 3 方法重要参数

3.1 线性范围：( 0.5 ~ 10 )  $\mu\text{g}/5.0\text{ml}$ 。

3.2 精确度 ( RSD ) :  $\leq 10\%$ 。

3.3 准确度 ( 回收率 ) : 90% ~ 105%。

3.4 检出限 : 0.5 $\mu\text{g}/5.0\text{ml}$ 。

3.5 干扰：醛类等对其可造成假阳性干扰，酚类可降低其灵敏度。

3.6 全程测定时间：30min。

## 4 试剂和仪器

4.1.仪器：酒精灯 1 个（电热杯或控温电炉）、分光光度计、试管若

干、500ml 烧杯 1 个、100ml 烧杯 2 个、漏斗或滴管 1 个、玻璃棒 1

个、滤纸若干。

4.2 试剂：乙酸乙酯、60%浓硫酸，变色酸显色剂。毒鼠强标准品从公安部门获得。

## 5 操作步骤

### 5.1 样品前处理

由于现场所采集的样品成分复杂，除少数样品，例如市售鼠药或工业原粉，可直接用本方法检测外，其他样品均需进行样品前处理以去除杂质干扰，提高灵敏度和降低假阳性率。

#### 5.1.1 鼠药和工业原粉

直接取少量 0.1g~0.5g 进行检测。

#### 5.1.2 固体样品（毒饵、米、面、茶叶、盐、呕吐物等）

取固体样品(颗粒大的固体需先研磨碎)1g~3g放入烧杯中,向烧杯中加入乙酸乙酯(苯或丙酮亦可)5ml,玻璃棒充分搅匀,静置5min,将上清液用滤纸过滤,重复上述过程一次,合并上清液至一大试管内,将试管置于沸水浴中,使提取液完全挥发。

注意:不要将已经挥发干的试管长时间置于沸水浴中,否则会影响回收率,出现假阴性。

### 5.1.3 液体样品(水、酒、饮料、酱油、醋等)

取液体样品1ml~3ml放入大试管中,加入乙酸乙酯5ml,充分振荡混匀,静置5min,用分液漏斗或滴管分离上清液,重复过程一次,合并上清液至大试管内,将试管置于沸水浴中,使提取液完全挥发。酱油、醋、有颜色的饮料等液体样品在乙酸乙酯萃取后使用少量活性炭(聚酰胺粉或硅藻土亦可)进行脱色处理,以防止颜色干扰。

## 5.2 定量分析

5.2.1 绘制标准曲线吸取相当于0 $\mu$ g、0.1 $\mu$ g、0.2 $\mu$ g、0.3 $\mu$ g、0.4 $\mu$ g、0.5 $\mu$ g的标准物加入2%变色酸0.2ml,加60%硫酸5.0ml,放置100 $^{\circ}$ C水浴10min后以1cm比色皿在573nm波长处比色。

### 5.2.2. 样品分析



用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和空白对照溶液。样品吸光度减去空白对照吸光度后，由标准曲线得出毒鼠强含量。

### 5.2.3 计算

根据取样量  $M(g)$ 及样品中毒鼠强含量  $C(\mu g)$ 按下式计算样品含量。样品含量( $\mu g/kg$ )= $[C/M] \times 1000$

## 6 质量控制

检测时，应同时加做阴性样品。

## 附件 4

### 改良奈氏试剂法定性测定食品、生物样品中氟乙酰胺

#### 1 适用范围

适用于环境样品及部分生物样品(呕吐物和胃液和胃容物)中氟乙酰胺的定性测定，测定结果可作为初步判断事件性质的重要参考，不能作为确定事件性质的依据。氟乙酰胺的检测目前无国家标准分析方法，重大突发事件性质的判定，建议采用其他分析方法加以确证。

#### 2 原理

氟乙酰胺水溶液遇到强碱性的奈氏试剂，逐渐水解出氨，与奈氏试剂作用，产生黄棕色沉淀。

### 3 方法重要参数

3.1 检出限：0.5 $\mu$ g。

3.2 干扰：铵盐存在假阳性干扰。

3.3 全程测定时间：20min。

### 4 器材与试剂

4.1 试剂奈氏试剂:11.5g 碘化汞和 8g 碘化钾溶于少量水中,溶后加水稀释至 50ml,再加入 25%氢氧化钠 50ml ,静置过夜,取上清液使用,贮于棕色瓶中。

4.2 阳性对照样品：5ml 胃液中加 50 $\mu$ g 氟乙酰胺。

4.3 阴性对照样品：5ml 胃液中加 50 $\mu$ g 溴鼠隆。0 测定

### 5.1 样品处理

固体或半固体(胃内容物、呕吐物)样品,可采用有机溶剂直接提取法。一般常用甲醇或乙醇浸泡,在 50 $^{\circ}$ C水浴上温浸 1h~ 2h。如用其他有机溶剂(乙酸乙酯、氯仿等)时,可在提取容器中充分振摇,然后过滤,滤液置 60 $^{\circ}$ C水浴上蒸发至近干,用适量甲醇溶解残渣(混浊时可过滤),溶液供检验用;液体样品(饮水、菜汤、饮料),可直接用氯仿等有机溶剂提取或用透析法处理,也可采用在水浴上蒸去水分后再用甲醇浸出。

### 5.2 测定

取处理后的样品水溶液 1ml~2ml ,加奈氏试剂 1ml~2ml ,如有氟乙酰胺,在滴加试剂约 0.5min ,观察颜色变化。如测定环境样品氟乙酰胺时同时与氟乙酰胺标准和水质等作对照。如测定胃液和胃容器中氟乙酰胺时,同时与阳性样品和阴性样品对照。

## 6 结果判定

阳性：淡黄色→黄色→亮黄色→深黄色，2min 后逐渐混浊，最后生成桔红色沉淀。

阴性：无颜色反应。

## 7 说明

7.1 如有铵盐存在，滴加试剂后立即生成桔红色沉淀。

7.2 对含量低的或含量高的样品要用几种检验方法来确证，以避免假阳性和假阴性，同时要以氟乙酰胺标准和水质等作对照试验，以便检查操作是否准确。

7.3 样品分离提取后，得到的毒物数量往往很少，而且常常又不能重复采样，为此，在试验前以消耗少量的样品进行预试验后，再进行确证试验。

## 附件 5

异羟肟酸铁反应法定性测定食品等样品中氟乙酰胺

### 1 适用范围

本方法适用于食品、毒饵、水、呕吐物样品，可作为初步判断事件性质的重要参考，不能作为确定事件性质的依据。氟乙酰胺的检测目前无国家标准分析方法，重大突发事件性质的判定，建议采用其他分析方法加以确证。

## 2 原理

氟乙酰胺与羟胺在碱性条件下，生成异羟肟酸，与三价铁离子作用发生变色反应，通过颜色变化对氟乙酰胺进行定性。

## 3 方法重要参数

3.1 检出限：50 $\mu$ g/ml。

3.2 干扰：碱度过高对其可造成假阳性干扰，酸度过高可造成假阴性干扰。

3.3 全程测定时间：15min。

## 4 试剂和仪器

4.1 仪器：酒精灯 1 个(或电热杯 1 个)、试管若干、500ml 烧杯 1 个、100ml 烧杯 2 个、漏斗或滴管 1 个、玻璃棒 1 个、滤纸若干，PH 试纸。

4.2 试剂：活性炭或中性氧化铝、氢氧化钠溶液，盐酸羟胺溶液、盐酸溶液、三氯化铁。

4.3 氟乙酰胺标准品从公安部门获得。

## 5 样品前处理

由于现场所采集的样品成分复杂，除少数样品，例如市售鼠药或工业原粉，可直接用本方法检测外，其他样品均需进行样品前处理来以去除杂质干扰，提高灵敏度和降低假阳性率。

### 5.1 鼠药和工业原粉

直接取少量 0.1g~0.5g 进行检测。

### 5.2 固体样品（毒饵、米、面、茶叶、盐、呕吐物等）

取固体样品（颗粒大的固体需先研磨碎）2g~5g 放入 10ml 比色管中，加入三倍于样品重的蒸馏水或纯净水，振摇后过滤，将上清液用滤纸过滤，重复上述过程一次，合并上清液至一大试管内，将比色管置于沸水浴中，使滤液煮沸浓缩至 1ml 左右。注意：不要将已经挥发干的试管长时间置于沸水浴中，否则会影响回收率，出现假阴性。

### 5.3 液体样品（水、酒、饮料、酱油、醋等）

取液体样品 5ml 放入大试管中，加入等量于样品重的蒸馏水或纯净水，充分振荡混匀，静置 5min，用分液漏斗或滴管分离上清液，重复过程一次，合并上清液至大试管内，将试管置于沸水浴中，使滤液煮沸浓缩至 1ml 左右。酱油、醋、有颜色的饮料等液体样品使用少量活性炭或中性氧化铝进行脱色处理，以防止颜色干扰。

## 6 样品测定

取待检液 1ml 左右于试管中,加氢氧化钠溶液 10 滴,加盐酸羟胺溶液 5 滴,置沸水中水浴 5min (使其充分水解成氟乙酸钠释放出氨)。取出放冷,加盐酸溶液 9~10 滴(调 pH 值至 3~5)后,加三氯化铁溶液 3~10 滴(使其与氟乙酸反应),取出观察颜色变化。同时取一干净的空试管进行同样操作作为对照。

## 7 结果判定

阳性:粉红或紫红色,尤其在滴加后的液面上更为明显。

阴性:浅黄或黄色。

## 8 说明

8.1 加盐酸溶液 9 滴后要用 pH 试纸测试溶液 pH 值,若 pH 值太高(碱度过高),加入三氯化铁溶液时可产生红棕色沉淀,影响结果判定,造成假阳性结果;若 pH 值太低(酸度过高),加入三氯化铁溶液后氟乙酰胺显色不敏锐或不显色,易造成假阴性结果。pH 值可用氢氧化钠溶液和盐酸溶液反向调整。

8.2 空白对照试验,取与样品相同(不含氟乙酰胺)的物质与样品同时操作,以便于观察对比。对于呕吐物、胃内容物等样品,应加阳性对照试验。

8.3 测定时做空白对照试验,阴性结果为浅黄或黄色,有些空白对照为黄棕色絮状沉淀,静置后上层液变成无色或仅呈浅黄色。

8.4 本方法不适于血液和组织器官样品的测定。

8.5 三氯化铁溶液放置时间长时会有少量沉淀产生，须摇匀后使用。组合试剂的有效期为 1 年，阳性对照试验无反应时不可再用。0 质量控制检测时，应同时做阴性样品及氟乙酰胺标准品。

## 附件 6

### 液液萃取/气相色谱氮磷检测器法定量测定血浆中毒鼠强

#### 1 适用范围

用于定量测定血浆样品中毒鼠强。

#### 2 原理

使用液液萃取对样品前进行前处理，然后将处理后样品定容，并经过毛细管柱分离，使用氮磷检测器对其中组分毒鼠强进行测定，通过毒鼠强标准品的保留时间以及标准曲线来进行定性和定量检测。

#### 3 方法重要参数

3.1 线性范围：可对血浆中毒鼠强含量在 10ng/ml ~ 500ng/ml 的样品进行毒鼠强定量测定。

3.2 精密度：批内、批间  $RSD \leq 10\%$ 。

3.3 准确度（回收率）：90%~110%。

3.4 检出限：最低定量浓度为 10ng/ml。

3.5 全程测定时间：120min。

#### 4 器材与试剂

气相色谱仪（配置氮磷检测器）；非极性毛细管气相色谱柱（HP-1）；振荡仪；离心机；微量加样器；吹氮仪毒鼠强标准；乙酸乙酯

#### 5 操作步骤

##### 5.1 色谱条件

a) 色谱柱：HP-1 交联石英毛细管柱 30m×0.32mm i.d.×0.25μm。

b) 温度 进样口 250℃,检测器 250℃。程序升温:初始温度 150℃,保持 1min,以 7℃/min 的速率升温至 250℃,保持 1min。

c) 载气：高纯氮气，柱头压力 35kPa，不分流进样，分流时间 0.75min，隔垫清扫：3.6ml/min。尾吹流量：30ml/min。氢气流量：3.3ml/min。空气流量：86ml/min。

##### 5.2 标准曲线的配制

称取 100mg 毒鼠强标准，用乙酸乙酯在 100ml 容量瓶中定容，配制成 1mg/ml 的毒鼠强储备液。用储备液稀释出 5μg/ml、2μg/ml、1μg/ml、



0.5 $\mu$ g/ml、0.2 $\mu$ g/ml 和 0.1 $\mu$ g/ml 的标准溶液，利用此系列标准溶液绘制标准曲线，相关系数为 0.999。

### 5.3 样品前处理

取出 1ml 血浆样品放入试管中，加入 2ml 乙酸乙酯，石蜡膜封口，振荡混匀 4min（如果乳化现象比较严重，可以加入 0.5ml 的异丙醇），3000rpm 离心 4min，将上清液取出，重复上述萃取过程一次，将两次上清液合并。合并的上清液在 40 $^{\circ}$ C 水浴下吹氮至近干，加入 0.1ml 乙酸乙酯定容，振荡混匀 1min。

### 5.4 进样检测

取定容后的溶液 1 $\mu$ l 进样检测，保留时间定性，峰面积定量。

## 6 质量控制

6.1 空白对照样色谱图上没有保留时间与毒鼠强相同的峰。

6.2 进待测样品前必须进空白样或乙酸乙酯溶剂，以确认进样针和色谱仪器系统未受污染。

6.3 质控样测得值应在质控样品浓度的 90%~110%之间。

## 附件 7

液液萃取/气相色谱氮磷检测器法定量分析食品、血和尿样品中氟乙酰胺和毒鼠强

## 1 适用范围

用于定量测定食品、血和尿样品中毒鼠强和氟乙酰胺。

## 2 原理

使用液液萃取对样品前进行前处理，然后将处理后样品定容，并经过毛细管柱分离，氮磷检测器对其中组分氟乙酰胺和毒鼠强进行测定，通过氟乙酰胺、毒鼠强标准品的保留时间以及标准曲线来进行定性和定量检测。

## 3 方法重要参数

3.1 线性范围：(5 ~ 50)μg/ml。

3.2 精密度：批内、批间 RSD≤10%。

3.3 准确度（回收率）：80% ~ 90%。

3.4 全程测定时间：120min。

## 4 器材与试剂

气相色谱仪（配置氮磷检测器）；非极性毛细管气相色谱柱（HP-1）；振荡仪；离心机；微量加样器；吹氮仪毒鼠强标准、氟乙酰胺标准

## 5 操作步骤

### 5.1 色谱条件

a) 色谱柱：HP-1 交联石英毛细管柱 30m×0.32mm i.d.×0.25μm。

b) NPD 检测器温度:280°C,进样口温度:230°C,载气恒流模式 0.7ml/min, 空气流量:60ml/min,氢气:3ml/min。程序升温:初始温度 150°C,保持 2min,以 10°C/min 升温至 250°C,并保持 5min。

## 5.2 标准曲线的配制

吸取 1.0mg/ml 的氟乙酰胺、毒鼠强标准溶液 1.0ml 于 10.0ml 容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,此液氟乙酰胺、毒鼠强的含量分别为 100μg/ml,将混合标准液逐级稀释为 5μg/ml、10μg/ml、20μg/ml、50μg/ml,分别取 1.0μg 注入气相色谱仪测定,以保留时间定性确证。氟乙酰胺和毒鼠强的保留时间分别为 2.36min 和 8.72min 左右。

## 5.3 样品前处理

### 5.3.1 固体(米、面、馒头、蔬菜等)

取适量样品(15 ~ 30)g,加无水硫酸钠研磨呈粉末状,置于 150ml 带塞锥形瓶中,加入 50ml 乙酸乙酯,用超声波清洗器提取 20min 或振荡 1h 过滤,滤液于 40°C 水浴浓缩至 1ml ~ 2ml。

5.3.2 饭、菜汁、洗胃液、呕吐物等取适量样品(15 ~ 20)g 置于锥形瓶中,加 50ml 乙酸乙酯,超声提取或振荡,乙酸乙酯层通过无水硫酸钠过滤,于水浴浓缩至 1ml ~ 2ml。

5.3.3 病人血清、尿液取适量样液(血清 0.50ml,尿液 500 $\mu$ l)于具塞离心管中,加 5ml 乙酸乙酯,振摇提取 3min,于 3500rpm/min 下离心分层,水相再次用 5ml 乙酸乙酯萃取 1 次,合并 2 次萃取的有机相,浓缩至 0.5ml。吸取 1.0 $\mu$ L 进行色谱仪分析。保留时间定性,峰面积定量。

## 6 质量控制

6.1 空白对照样色谱图上没有保留时间与氟乙酰胺和毒鼠强相同的峰。

6.2 进待测样品前必须进空白样或乙酸乙酯溶剂,以确认进样针和色谱仪器系统未受污染。

6.3 样品分析则在相同检测条件下,如在相同保留时间出现色谱峰,

可进一步在样液中加入定量标准液,同一保留时间出现峰叠加即可判

定为阳性结果。