

## ICP-AES 在猪油和肝脏分析中的应用

王春梅\* 王奕 褚连青 王金钢 李静 孟大垒

(中国电子科技集团公司第四十六研究所 天津 300192)

**摘要** 使用高压溶样器制备样品,采用 ICP-AES 对中毒死亡的人体肝脏和猪油中的锡的分析进行研究,结果发现肝脏中的锡未见明显异常,但引起中毒的猪油比普通猪油中的锡要高很多。

**关键词** 猪油 肝脏 锡 发射光谱

### 前言

1998 年底,南方某地区发生了震惊全国的猪油中毒案,造成 1002 人中毒,其中重度中毒 60 人,死亡 3 人,专家初步判断是有机锡中毒。我们采用 ICP 对所使用猪油和中毒死亡的人体肝脏中锡的含量分析进行了研究。

### 1 仪器和试剂

1.1 采用 ARL 公司 3580ICP 发射光谱仪;硝酸和双样水试剂为 MOS 纯。

#### 1.2 样品制备

猪油中含有大量的有机物,所以直接消解样品往往不完全。而干法灰化容易造成有机锡的挥发损失。为此采用高温高压溶解。

1.2.1 猪油 取 0.15g 样品,置于聚四氟乙烯套中,加入 4mL 硝酸,1mL 双氧水。拧紧不锈钢外套,在 180 加热 3h,取出,风扇冷却 1h。转移至烧杯中,低温挥发硝酸,转移至 25mL 比色管中,加入 2mL 盐酸,定容。

1.2.2 人体肝脏 准确称肝脏 1g,置于聚四氟乙烯套中,加入 5mL 硝酸、1mL 双氧水。拧紧不锈钢外套,在 180 加热 3h,取出,风扇冷却 1h。转移至干净烧杯中,蒸发大部分硝酸至 3mL,定容 10mL。

### 2 ICP-AES 分析

#### 2.1 定性分析

先进行定性分析,发现存在元素较多(存在大量的钙、镁、铁、磷、钠等元素),另有微量的锡存在。锡的分析波长为 189.98nm。

#### 2.2 定量分析

2.2.1 背景干扰 由于基体比较复杂,在分析锡元

素时,我们采用扣背景技术进行分析,以校正背景干扰。

2.2.2 光谱重叠干扰 通过扫描发现,在样品中含量较高的钙、镁、铁、磷、钠、铝等元素对分析元素没有重叠干扰。

2.2.3 测定结果 采用 ICP-AES 对普通猪油与该猪油、普通猪肝和中毒死亡人体肝脏样品进行测定(见表 1、2)。

表 1 猪油分析结果( $\mu\text{g/g}$ )

样品	普通猪油	1#	2#	3#	4#
Sn 含量	<5	897	128	1614	776

表 2 普通猪肝与中毒死亡人体肝脏分析结果( $\mu\text{g/g}$ )

样品	普通猪肝	中毒死亡人 体肝脏 1#	中毒死亡人 体肝脏 2#	中毒死亡人 体肝脏 3#
Sn 含量	1.3	8.9	3.6	1.8

### 3 结果讨论与分析

#### 3.1 锡的毒性

无机锡及其化合物的毒性,总的来说较小。口服金属锡实际上是无毒的。工业上无机锡及其化合物的危害,主要是由吸入锡的烟雾或粉尘引起的锡末沉着症。但是有机锡则不同,它是剧烈的神经毒物。特别是三乙基锡,可抑制脑细胞线粒体的氧化磷酸化,使中枢神经系统遭受严重损失。会出现头痛、眩晕、呕吐、腹痛、心动过缓、失明和皮肤过敏反应。

法国人试用有机锡化合物治疗骨髓炎、皮肤葡萄球菌感染,曾发生大批中毒事件,服药后有 217 人中毒,100 人死亡。

#### 3.2 结果比较

文献中报道了肝脏中锡的含量有时可以达到  $23\mu\text{g/g}$ ,分析表 1 和表 2 可以发现,人体肝脏中的锡

(上转第 29 页)

\*作者简介:王春梅,男,1966 年生,北京大学毕业,中国电子科技集团公司第 46 研究所从事光谱分析,高级工程师。

维因和 -萘酚 0.402mg 和 0.029mg。依法点样,展开,在 75 °C 的烘箱中烘烤 5min 后于薄层扫描仪上测定。测定结果为西维因和 -萘酚的回收率分别为 83.3% 和 100%, 样品中西维因和 -萘酚的含量分别为 0.67mg/g 和 0.019mg/g。

### 3 结论

本文建立薄层扫描荧光法同时测定中药材中西维因及其降解产物 -萘酚残留量的新方法。具有方便、快捷、操作简单等特点,有较好的应用前景。

### 参考文献

- Hidalgo c., Roig-Navarro A., Hernandez F., Sancho JV, Chromatographia [J], 1998, 47(9~10): 596~600
- Yibrah T. Gebreegzi, Gregorg D. Foster, Shahamat U. Khan J. Agric. Food Chem. [J], 2000, 48: 5165~5168
- A. Segura-Carretero, C. Cruces-Blanco, B. Canabate-Diaz, J. F. Fernandez-Sanchez, A. Fernandez-Gutierrez, Anal. Chim. Acta [J], 2000, 417: 19~30

- Ghauch A., Fresenius J. Anal. Chem [J], 2000, 367(6): 545~550
- Motoshi, NAKAMURA, Hiroshi TANIGUCHI, Bunseki, Kagaku [J], 1999, 48(9): 841~846
- G. S. Nunes, M. P. Marco, M. Fare, D. Barcelo, Anal. Chim. Acta [J], 1999, 387: 245~253
- 梁祈, 颜庆嫦. 分析测试学报 [J], 1999, 18(2): 66~68
- 董顺岭, 胡家焱, 何志强, 杨仲元. 药物分析杂志, 2002, 22(3): 178
- Murlidhar T. Sevalkar, Vitthal B. Patil, and Manchak V. Garad, J. Planar Chromatography [J], 2000, 13: 235~237
- 胡秋菊, 朱若华等. 首都师范大学学报(自然科学版), 2004, 25(2): 38
- Murlidhar T. Sevalkar, Vitthal B. Patil, and Manchak V. J. Planar Chromatography, 2000, 13: 235~237
- 孙敏庆. 薄层扫描法及其在药物分析中的应用 [M], 北京: 人民卫生出版社, 1990
- 马广慈主编. 药物分析方法与应用 [M], 北京: 科学出版社, 2000

## The synchronous determination of carbaryl and its degradation product residue in Chinese herbs by thin layer chromatography with fluorescence detection

Wang Xiangfeng An Huimei Jia Rui Zhu Ruohua Liu Run

(Department of Chemistry, Capital Normal University, 100037 Beijing, China)

**Abstract** In this thesis, solid surface fluorescence analysis was used to detect carbaryl and its degradation product residue in Chinese herbs. Carbaryl and -naphthol could be well separated with  $R_f$  value of 0.44 and 0.72 when cyclohexane : acetone : n-propylbenzene = 13 : 2 : 2 : 3 (v/v) was used as eluting solution. The fluorescence intensity was determined at the excitation wavelength of 313nm. The concentration of Carbaryl and -naphthol was linear in the range of 0.004~0.0804mg mL<sup>-1</sup> and 0.006~0.0057mg mL<sup>-1</sup> with the fluorescence intensity, respectively, and with the correlation coefficient both of 0.999. The absolute detection limit of two compounds was 80.48ng and 3.46ng, respectively. The method was applied to analysis of the Digupi sample, the recoveries for carbaryl and -naphthol were 83.3% and 100%, respectively. It was appropriate for the content determination and quality control of Carbaryl and -naphthol.

**Key words** Chinese herbs Carbaryl -naphthol Thin layer chromatography

(下接第 30 页)

含量并不高,但是在猪油中的锡含量非常高,尤其是 3# 中的锡竟高达 1614μg/g,远远高于普通猪油。

### 3.3 综合分析

由于中毒死亡人体肝脏中锡的含量不高,而猪油中锡的含量很高,所以无机锡中毒的可能性不大,应

是有机锡中毒,即在猪油中锡是以有机锡的形式存在。气相色谱分析结果,也证明有有机锡的峰存在。

### 参考文献

- 王世俊. 金属中毒,北京:人民卫生出版社,1988年,第二版

## Application of ICP-AES in the liver and lard

Wang Chunmei Wang Yi Chu Lianqing Wang Jingang Li Jing Meng Dalei

(The 46<sup>th</sup> Institute of Chinese Electronic Science and Technology Group Company, Tianjin, 300192)

**Abstract** In this article, ICP-AES was adopted to analyse poisoning elements in the livers of people who died and in the lard. The concentration of Sn in liver is not very high, but the concentration of Sn in the lard is much high.

**Key words** ICP-AES Liver Lard Tin