

司法鉴定技术规范

SF/Z JD0107003-2010

血液、尿液中毒鼠强的测定 气相色谱法

2010-04-07 发布

2010-04-07 生效

中华人民共和国司法部
司法鉴定管理局 发布

前 言

本标准由中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本标准由中华人民共和国司法部归口。

本标准起草单位：中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所。

本标准主要起草人：沈保华、卓先义、刘伟、向平、卜俊、马栋、严慧。

血液、尿液中毒鼠强的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了血液、尿液中毒鼠强的气相色谱定量分析方法。

本标准适用于血液、尿液中毒鼠强的气相色谱定量分析。

本标准血液、尿液中毒鼠强测定方法的定量下限为0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682-2008，ISO 3696：1987，MOD）

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 原理

本法利用毒鼠强可被有机溶剂从血液、尿液中提取出来，利用火焰光度检测器或氮磷检测器对其进行检测，经与平行操作的毒鼠强对照品比较，以保留时间或相对保留时间定性；用内标法进行定量分析。

4 试剂和材料

除另有说明外，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 毒鼠强对照液

毒鼠强标准溶液200 $\mu\text{g/mL}$ ，在冰箱中冷冻保存，有效期为12个月。试验中所用其它浓度的标准溶液均从上述标准溶液稀释而得，在冰箱中冷藏保存，有效期为6个月。

4.2 对硫磷对照液

对硫磷标准溶液200 $\mu\text{g/mL}$ ，在冰箱中冷冻保存，有效期为12个月。试验中所用其它浓度的标准溶液均从上述标准溶液稀释而得，在冰箱中冷藏保存，有效期为6个月。

5 仪器

5.1 气相色谱仪，

配有火焰光度检测器(FPD)或氮磷检测器(NPD)。

5.2 旋涡混合器。

5.3 离心机。

5.4 恒温水浴锅。

5.5 精密移液器。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

取血液或尿液2mL置于10mL具塞离心管中，加10 μ L内标物对硫磷工作溶液，加入乙醚3mL，涡旋混合，离心，转移有机层至另一离心管中，约60 $^{\circ}$ C水浴中空气流下吹干，残留物用50 μ L甲醇溶解，取1 μ L进样气相色谱分析。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱测定参考条件

- a) 色谱柱：DB-608毛细管柱（30m \times 0.53mm \times 0.50 μ m）石英毛细管柱或相当者；
- b) 柱温：初温 150 $^{\circ}$ C（1min），以 20 $^{\circ}$ C/min 程序升温至 230 $^{\circ}$ C，保持 10 min；
- c) 载气：氮气，纯度 \geq 99.999%，流速4mL/min；
- d) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- e) 检测器温度：250 $^{\circ}$ C。

6.2.2 定量测定

本方法采用内标法—单点校正法或内标法—校准曲线法定量测定。

6.2.3.1 内标法—单点校正法

在相同基质中添加相近浓度的对照品，和检材按照以上步骤同时进行定量测定。检材浓度应在添加对照品浓度的 \pm 50%以内。

6.2.3.2 内标法—校准曲线法

在相同基质中添加适量的毒鼠强对照品制得一系列校准样品，以毒鼠强峰面积与内标峰面积比对毒鼠强浓度作校准曲线，用标准曲线法对检材进行定量，并且保证所测样品中毒鼠强的浓度在其线性范围内。

6.3 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验。

平行试验中两份检材测定结果按两份检材的平均值计算，双样相对相差不超过 20%。双样相对相差按照式(1)计算：

$$\text{双样相对相差}(\%) = \frac{|C_1 - C_2|}{\bar{C}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C_1 、 C_2 ——两份样品平行定量测定的结果；

\bar{C} ——两份样品平行定量测定结果的平均值 $(C_1+C_2)/2$ 。

7 结果计算

气相色谱测定采用校准曲线法或按式(2)计算：

$$C = \frac{A \times A_i' \times c}{\dots\dots\dots(2)}$$

$$A' \times A_i$$

式中:

C——样品中毒鼠强含量, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A——样品中毒鼠强的峰面积;

A'——对照溶液中鼠强的峰面积;

A_i' ——对照溶液中内标物的峰面积;

A_i ——样品中内标物的峰面积;

c——标准溶液中鼠强浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。