

司法 鉴 定 技 术 规 范

SF/Z JD0107014—2015

血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法

2015-11-20 发布

2015-11-20 实施

中华人民共和国司法部司法鉴定管理局 发布

目 次

前言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂、仪器和材料.....	1
6 测定步骤.....	2
7 结果评价.....	3
8 方法检出限.....	3
附录 A.....	4

前 言

本技术规范按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本技术规范由司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本技术规范由司法部司法鉴定管理局归口。

本技术规范起草单位：司法部司法鉴定科学技术研究所。

本技术规范主要起草人：卓先义、严慧、刘伟、向平、沈保华、卜俊、马栋。

本技术规范为首次发布。

血液和尿液中 108 种毒(药)物的气相色谱-质谱检验方法

1 范围

本技术规范规定了血液和尿液中 108 种毒(药)物(参见附录 A)的气相色谱-质谱检验方法。

本技术规范适用于血液和尿液中 108 种毒(药)物的定性分析。也适用于体外样品、可疑物证中 108 种毒(药)物的定性分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术规范的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本技术规范。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本技术规范。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GA/T 122 中界定的术语和定义适用于本技术规范。

4 原理

在酸性、碱性条件下,用有机溶剂将待测毒(药)物从血液或尿液中提取出来,用气相色谱-质谱法进行检测,以保留时间和特征碎片离子进行定性分析。

5 试剂、仪器和材料

5.1 试剂

5.1.1 乙醚。

5.1.2 甲醇。

5.1.3 盐酸:用水配制成 1mol/L 盐酸溶液。

5.1.4 氢氧化钠:用水配制成 10%氢氧化钠溶液。

5.1.5 对照品标准溶液的制备:分别精密称取 108 种毒(药)物对照品各适量,用甲醇配成 1mg/mL 的对照品储备溶液,置于冰箱中冷冻保存,保存时间 12 个月。试验中所用其他浓度的标准溶液均从上述储备溶液稀释而得。置于冰箱中冷藏保存,保存时间 3 个月。

5.1.6 内标物对照品标准溶液配制:精密称取 SKF_{525A} 和烯丙异丙巴比妥对照品适量,用甲醇配成 1mg/mL 的混合内标储备溶液,置于冰箱中冷冻保存,保存时间 12 个月。将内标储备液用甲醇稀释 5 倍,得 200μg/mL 的内标工作液,置于冰箱中冷藏保存,保存时间 3 个月。

注:本规范所用试剂除另有说明外均为分析纯,试验用水为二级水(见 GB/T 6682 规定)。

5.2 仪器和材料

5.2.1 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。

- 5.2.2 旋涡混合器。
- 5.2.3 离心机。
- 5.2.4 恒温水浴锅。
- 5.2.5 移液器。
- 5.2.6 分析天平：感量 0.1mg。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

6.1.1 待测样品

取待测血液或尿液 2mL 置于 10mL 离心管中，加入 200 μ g/mL 的内标工作液 10 μ L，加 1mol/L HCl 溶液使呈酸性 (pH3-4)，用乙醚 3mL 涡旋混合提取约 2min，离心使之分层，转移出乙醚提取液于 5mL 试管中，检材中再加 10% NaOH 溶液，使检材呈碱性 (pH11-12)，用乙醚 3mL 提取残留液，涡旋混合约 2min，离心使之分层，转移乙醚层，合并乙醚提取液，于约 60 $^{\circ}$ C 水浴中挥发至近干，残留物加 30 μ L 甲醇复溶，待测。

6.1.2 空白样品

取空白血液或尿液 2mL，按“6.1.1”项下进行操作和分析。

6.1.3 添加样品

取空白血液或尿液 2mL，添加待测样品中出现的可疑毒(药)物对照品，按“6.1.1”项下进行操作和分析。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱-质谱仪参考条件

以下为参考条件，可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整：

- a) 色谱柱：DB-5MS 毛细管柱 (30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m) 或等效色谱柱；
- b) 柱温：100 $^{\circ}$ C 保持 1.5min，以 25 $^{\circ}$ C/min 程序升温至 280 $^{\circ}$ C 保持 15min；
- c) 载气：氦气，纯度 \geq 99.999%；
- d) 流速：1 mL/min；
- e) 进样量：1 μ L；
- f) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- g) EI 源电压：70eV；
- h) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- i) 四极杆温度：150 $^{\circ}$ C；
- j) 接口温度：280 $^{\circ}$ C；
- k) 采用全扫描模式，质量范围 m/z 50-500。
- l) 108 种毒 (药) 物的保留时间与特征碎片离子见附录 A。

6.2.2 定性分析

在相同的试验条件下，待测样品中出现的色谱峰保留时间与添加对照样品的色谱峰保留时间相比较，相对误差在 \pm 2%内，且特征碎片离子均出现，所选择的离子相对丰度比与添加对照品的离子相对丰度比之相对误差不超过表 1 规定的范围，则可判断样品中存在这种化合物。

表 1 相对离子丰度比的最大允许相对误差 (%)

离子丰度比	≥50	20~50	10~20	≤10
允许的相对误差	±20	±25	±30	±50

7 结果评价

7.1 阴性结果评价

如果待测样品中仅检出内标SKF_{525A}和烯丙异丙巴比妥未检出附录A中毒(药)物成分,则阴性结果可靠;如果待测样品中未检出内标,则阴性结果不可靠。

7.2 阳性结果评价

如果待测样品中检出附录A中毒(药)物成分且空白样品无干扰,则阳性结果可靠;如果待测样品中检出毒(药)物成分且空白样品亦呈阳性,则阳性结果不可靠。

8 方法检出限

本技术规范血液和尿液中 108 种毒(药)物成分的检出限参见附录 A。

附录 A

(资料性附录)

108 种毒(药)物和内标的 GC-MS 参考参数

表 A.1 108 种毒(药)物和内标的 GC-MS 参考参数

编号	名称	保留时间 (min)	特征碎片离子	检测限 (μg/mL)	
				血液	尿液
1	灭多威	3.04	88、105	0.2	0.1
2	苯丙胺	3.54	44、91	0.2	0.2
3	丙戊酸	3.66	57、73、102	0.5	0.5
4	甲基苯丙胺	4.16	58、91	0.05	0.02
5	残杀威	4.36	110、152	0.3	0.2
6	金刚烷胺	4.55	94、151	0.1	0.1
7	甲胺磷	5.11	94、141	0.1	-
8	敌敌畏	5.17	79、109、185	0.5	0.2
9	杀虫双(单)	5.41	70、103、149	0.5	0.3
10	尼古丁	5.63	84、133、162	0.1	0.05
11	去甲伪麻黄碱	5.86	44、77、105	0.1	0.05
12	异烟肼	5.87	78、106、137	0.2	0.2
13	MDMA	5.98	58、135、194	0.5	0.2
14	麻黄碱	6.16	58、166	0.125	0.1
15	甲基麻黄碱	6.27	42、72、105	0.1	0.05
16	尼可刹米	6.30	78、106、177	0.1	0.1
17	MDA	6.40	77、136、180	0.1	0.05
18	乙酰甲胺磷	6.43	94、136	0.1	-
19	托吡酯	6.48	127、171、245	0.5	-
20	氧乐果	6.57	110、156	0.2	-
21	布洛芬	6.67	91、161、206	0.1	0.05
22	治螟磷	6.86	97、202、322	0.2	-
23	巴比妥	6.87	141、156、184	5	2
24	异戊巴比妥	6.88	141、156	5	2
25	烯丙基异丙基巴比妥	6.95	167、195、153	0.5	0.2
26	非那西汀	7.00	108、137、179	0.2	0.1
27	对乙酰氨基酚	7.07	109、151	0.5	0.2
28	毒鼠强	7.19	212、240	0.02	0.01
29	乐果	7.21	87、125、230	0.5	0.2
30	哌替啶	7.36	71、172、247	0.05	0.02
31	呋喃丹	7.37	149、164、221	0.5	0.2
32	特丁磷	7.39	231、288	0.3	-
33	咖啡因	7.45	109、194	0.1	0.1
34	久效磷	7.46	127、192、224	0.3	-

35	司可巴比妥钠	7.50	168、195	5	2
36	可铁宁	7.57	98、147、176	0.1	0.05
37	硫喷妥	7.58	157、172	1	1
38	苯海拉明	7.88	58、73、165	0.2	0.2
39	氨基比林	7.90	96、188、231	0.125	0.1
40	氯胺酮	7.92	152、180	0.05	0.02
41	利多卡因	7.95	86、234	0.05	0.02
42	苯巴比妥	8.00	117、204	1	1
43	毒死蜱	8.09	258、314、352	0.2	-
44	福美双	8.17	88、121、208	0.2	0.2
45	异丙安替比林	8.19	215、230	0.1	0.05
46	曲马多	8.35	58、263	0.0125	0.01
47	扑尔敏	8.45	58、203	0.0125	0.01
48	安替比林	8.46	96、188	0.1	0.05
49	溴敌隆	8.47	178、260	0.5	-
50	对硫磷	8.48	97、109、291	0.5	-
51	甲基对硫磷	8.51	109、263	0.2	-
52	西洛西宾	8.66	58、204	0.5	-
53	文法拉辛	8.69	58、134、179	0.1	-
54	啶硫磷	8.69	146、157、298	0.2	-
55	美托洛尔	8.70	72、223、252、267	0.1	0.1
56	马拉硫磷	8.75	93、127、173	0.2	0.2
57	乙基对硫磷	8.91	109、139、291	0.2	-
58	美沙酮	8.94	72、294	0.025	0.02
59	阿米替林	9.06	58、202、215	0.05	0.02
60	丙咪嗪	9.06	58、193、234	0.1	0.05
61	安眠酮	9.07	235、250	0.1	0.05
62	多塞平	9.08	58、189	0.125	0.1
63	右美沙芬	9.09	59、150、271	0.2	0.1
64	氯美扎酮	9.16	98、152、208	0.5	0.5
65	氟卡尼	9.18	84、97、301	0.2	-
66	阿托品	9.20	124、289	0.125	0.1
67	溴虫腈	9.24	59、137、247	0.5	-
68	三唑磷	9.54	161、257、313	0.5	-
69	苯妥因	9.84	180、209、252	0.5	0.3
70	胺菊酯	9.89	123、164	0.3	0.2
71	卡马西平	9.91	193、236	0.2	0.1
72	SKF _{525A}	9.93	86、99、167	0.5	0.2
73	咳必清	9.98	86、144、318	0.1	0.1
74	苯妥因钠	10.07	180、223、252	0.4	0.2
75	安定	10.09	256、283、284	0.05	0.05

76	东莨若碱	10.16	94、108、138、303	0.2	0.1
77	CBD(大麻二酚)	10.25	174、231、246、314	0.3	0.2
78	地芬尼多	10.28	98、232	0.1	0.1
79	异丙嗪	10.28	72、180、284	0.1	0.05
80	氯丙嗪	10.40	58、318	0.025	0.02
81	可待因	10.74	162、229、299	0.5	0.2
82	THC(四氢大麻酚)	10.81	231、271、299、314	0.1	0.05
83	咪达唑仑	10.99	310、325	0.125	0.1
84	罗拉西洋	11.05	239、274、302	3	2
85	CBN(大麻酚)	11.24	223、238、295、310	0.2	0.2
86	海洛因	11.30	268、327、369	0.1	0.05
87	乙酰可待因	11.41	229、282、341	0.1	0.05
88	硝苯地平	11.61	284、329	5	3
89	帕罗西汀	11.98	192、329	0.1	0.1
90	普罗帕酮	12.17	72、297、312	0.1	0.1
91	硝甲西洋	12.21	220、248、267、294	3	2
92	杀鼠醚	12.38	121、188、292	1	1
93	硝基西洋	12.40	253、264、280	3	2
94	氟硝西洋	12.60	285、286、312	3	2
95	二氯苯醚菊酯	12.73	127、163、183	1	1
96	氯硝西洋	13.26	280、314	3	2
97	杀灭菊酯	13.35	125、167、419	1	0.5
98	唑吡坦	13.62	235、307	0.1	0.05
99	氯氮平	14.10	243、256、326	0.125	0.12
100	氟安定	14.12	58、86、387	3	2
101	氯氰菊酯	14.14	127、163、181	0.5	0.2
102	阿普唑仑	14.46	204、273、308	0.5	0.2
103	氰戊菊酯	14.77	181、225、419	1	0.5
104	氟哌啶醇	15.14	123、224、237	0.5	0.5
105	艾司唑仑	15.24	205、259、294	0.5	0.2
106	利眠宁	15.34	241、282	0.1	0.05
107	延胡索乙素	15.84	164、190、355	0.2	0.2
108	三唑仑	15.90	238、313、342	0.5	0.2
109	溴氰菊酯	16.03	181、253	0.5	0.2
110	佐匹克隆	19.95	143、245	0.2	0.1