



中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 121—1995

中毒检材中斑蝥素的定性定量分析方法

Qualitative and quantitative analysis
for cantharidin in poisoning samples

1995-11-15 发布

1996-05-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

1 主题内容与适用范围

本标准规定了中毒检材中斑蝥素的检验方法。
本标准适用于中毒案件检材中斑蝥素的定性和定量分析。

2 引用标准

GA/T 122—1995 毒物分析名词术语

3 定义

本标准采用 GA/T 122 中定义。

第一篇 气相色谱法

本标准需提供的检材：

- a. 中毒者的呕吐物、血、尿；
- b. 中毒尸体的胃及胃内容、尿、肺、肝、肾、心、脑、血液；
- c. 可疑药粉、药渣、斑蝥虫体等。

4 原理

本法以烯丙异丙巴比妥为内标物，经提取分离、浓缩后，用火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪进行检测；经与斑蝥素纯品比较其保留时间或相对保留时间而定性；与平行操作的随行参比(已知浓度的斑蝥素和烯丙异丙巴比妥)进行比较，根据峰高比或峰面积比用内标法计算检材中斑蝥素的含量。

5 试剂

本法所用试剂均为分析纯，乙醚、二氯甲烷需经重蒸馏。

- 5.1 6 mol/L 盐酸：浓盐酸与等量水混合配制而成。
- 5.2 GDX-403 树脂(80~100 目)：经甲醇：乙醚：乙腈(1：1：1)在索氏提取器中回流 8 h 后，晾干、备用。
- 5.3 乙醚。
- 5.4 二氯甲烷。
- 5.5 甲醇。
- 5.6 丙酮。
- 5.7 乙醇。
- 5.8 无水硫酸钠。

5.9 斑蝥素标准溶液

5.9.1 斑蝥素储备溶液:准确称取斑蝥素纯品 50.0 mg,用 5 mL 丙酮溶解后,转移至 10 mL 容量瓶中,添加丙酮至刻度,混匀,得每毫升含 5.0 mg 斑蝥素的储备液,置 -10°C 冰箱中保存。保存期一年。

5.9.2 斑蝥素标准使用液:将斑蝥素贮备液用乙醇稀释 10 倍,得 0.5 mg/mL 的斑蝥素标准使用液。置 4°C 冰箱中保存,保存期三个月。

5.10 内标物标准溶液

5.10.1 内标物储备液:准确称取烯丙异丙巴比妥 100.0 mg,用 5 mL 乙醇溶解后,转移至 10 mL 容量瓶中,添加乙醇至刻度,混匀,得每毫升含 10.0 mg 的内标物储备液。置 -10°C 冰箱中保存。保存期一年。

5.10.2 内标物标准使用液:将内标物贮备液用乙醇稀释 10 倍,得 1.0 mg/mL 的内标物标准使用液。置 4°C 冰箱中保存。保存期三个月。

5.11 斑蝥素/内标物混合标准溶液:准确吸取等量斑蝥素标准使用液和内标物标准使用液混合而成(每毫升含斑蝥素 0.25 mg,内标物 0.5 mg)。置 4°C 冰箱中保存。保存期三个月。

6 仪器

6.1 气相色谱仪:具有火焰离子化检测器和色谱数据处理机。

6.2 电动振荡器。

6.3 离心机。

6.4 恒温水浴锅。

6.5 具尾管的微型浓缩器。

6.6 微量注射器(10 μL , 100 μL)。

6.7 小型分离柱:一端拉细的 $15\times 0.6\text{ cm}$ 玻璃管,内填装 0.2~0.4 g 经净化处理的 GDX-403 树脂。临用前,用 3 mL 甲醇活化,再用水 5~10 mL 洗去甲醇,柱未干前加入试样。

6.8 真空泵或电动吸引器。

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 提取方法一:直接提取法

7.1.1.1 可疑药粉、药渣、片剂、呕吐物、胃内容等检材,捣碎后,取 0.1 g 置具塞试管中,加入内标物标准使用液 0.1 mL(内标物 100 μg),6 mol/L 盐酸 1 滴酸化,再加二氯甲烷 5 mL 振摇,过滤,滤液经无水硫酸钠脱水,置具尾管的微型浓缩器中,于 40°C 挥发浓缩至 0.2~0.5 mL,供检测用。

同时取相应的空白检材两份,其中一份添加斑蝥素/内标物混合标准使用液 0.2 mL(内标物 100 μg ,斑蝥素 50 μg)按上述程序平行操作,进行空白对照和已知对照分析。

7.1.1.2 尿液、针剂:取 0.5 mL 置具塞试管中,加 3 mL 水稀释后加内标物标准使用液 0.1 mL(内标物 100 μg),加 6 mol/L 盐酸数滴酸化,再加二氯甲烷 5 mL,振摇,静置分层,吸取二氯甲烷液,经无水硫酸钠脱水,置具尾管的微型浓缩器中,于 40°C 挥发浓缩至 0.2~0.5 mL,供检测用。

同时取相应的空白检材两份,其中一份添加斑蝥素/内标物混合标准使用液 0.2 mL(内标物 100 μg ,斑蝥素 50 μg),按上述程序平行操作,进行空白对照和已知对照分析。

7.1.2 提取方法二:酸解提取法

肺、肝、肾、心、脑、胃组织或肌肉等检材绞碎后取 1~2 g,血取 1~2 mL,置大试管中,加内标物标准使用液 10~20 μL (内标物 10~20 μg),6 mol/L 盐酸 2.5~5 mL,于沸水浴中加热 45 min~1 h。放冷、过滤,滤液置具塞试管中,用少量水洗涤滤渣,控制滤液为 5~8 mL。加入乙醚或二氯甲烷 $2\times 5\text{ mL}$ 振荡提取 10~15 min,于 2 500 r/min 离心分离 1~1.5 min,吸出乙醚或二氯甲烷液,通过装有 2~3 g 无