

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T ××××—××××

代替GA/T 208—1999

法庭科学 生物检材中磷化氢检验
顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱法

Forensic sciences—Examination methods for phosphide in biological
samples—HSGC and HSGC-MS

行业标准信息服务平台

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国公安部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GA/T 208-1999《中毒案件检材中磷化物的定性及定量分析方法》，与 GA/T 208-1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称（见封面，1999 年版的封面）；
- 修改了范围的有关内容（见第 1 章，1999 年版的第 1 章）；
- 修改了规范性引用文件的有关内容（见第 2 章，1999 年版的第 2 章）；
- 修改了第一篇顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的原理（见第 4 章，1999 年版的第 4 章）；
- 修改了第一篇顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的试剂和材料（见第 5 章，1999 年版的第 5 章）；
- 修改了第一篇顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的仪器和设备（见第 6 章，1999 年版的第 6 章）；
- 修改了第一篇顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的操作方法（见第 7 章，1999 年版的第 7 章）；
- 删除了第二篇 AgDDC 法测定磷化氢的有关内容（见 1999 年版的第 8 章~第 11 章）；
- 删除了第三篇溴化汞试纸法测磷化氢的有关内容（见 1999 年版的第 12 章~第 15 章）；
- 修改了附录 A 的有关内容（见附录 A，1999 年版的附录 A）；
- 修改了附录 B 的有关内容（见附录 A，1999 年版的附录 B）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析分技术委员会(SAC/TC 179/SC 1)提出并归口。

本标准起草单位：公安部物证鉴定中心，中国刑事警察学院，陕西省公安厅，司法鉴定科学研究院。

本标准主要起草人：侯小平、常靖、董颖、杜鸿雁、崔冠峰、朱昱、张爱东、刘伟。

行业标准信息平台

法庭科学 生物检材中磷化氢检验

顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱方法

1 范围

本标准规定了生物检材（血、尿、肝、肾、胃及胃内容等）中磷化氢的顶空气相色谱（HSGC）定量检验、顶空气相色谱-质谱（HSGC-MS）定性定量检验方法。

本标准适用于生物检材中磷化氢的定性分析和定量分析。其他可疑样品中磷化氢的定性分析和定量分析可参照使用。

2 规范性引用文件

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

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 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

以空白样品和添加样品作对照，以平行操作的要求，采用顶空气相色谱质谱法定性定量，顶空气相色谱法定量，以保留时间、质谱特征离子碎片峰和相对丰度比作为定性判断依据；以峰面积为依据，用外标法进行定量分析。

5 试剂和材料

5.1 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。在分析中使用的试剂均为分析纯，试剂包括：

- a) 20%硫酸溶液：取 20mL 硫酸，缓慢溶于 80mL 水中；
- b) 锌粉（无砷）；
- c) 标准溶液：
 - 1) 次亚磷酸钠溶液（相当于含磷化氢 1.0mg/mL）：精确称取次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 标准物质 155.90mg，用少量水溶解后，稀释至 50mL，配制成相当于含磷化氢 1.0mg/mL 的次亚磷酸钠标准溶液，置于冰箱中冷藏保存。有效期 1 个月。
 - 2) 次亚磷酸钠工作液（相当于含磷化氢 0.1mg/mL）：移取次亚磷酸钠溶液（相当于含磷化氢 1.0mg/mL），用水稀释至 10mL，密封，置于冰箱中冷藏保存。有效期 7 天。实验中所用其他浓度的标准工作液均由相当于含磷化氢 0.1mg/mL 的次亚磷酸钠工作液用水稀释得到。

5.2 材料