

ICS 13.310
A 92

GA

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 597—2006

GA/T 597—2006

中毒检材中静松灵的定性定量分析方法

Qualitative and quantitative analysis for Xylazoli in poisoning samples

中华人民共和国公共安全
行业标准
中毒检材中静松灵的定性定量分析方法
GA/T 597—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2006年5月第一版 2006年5月第一次印刷

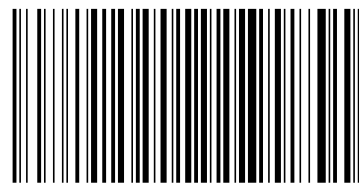
*

书号: 155066·2-16900 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GA/T 597-2006

2006-01-17 发布

2006-05-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

6.2.2 展开剂

- 氯仿：环己烷：丙酮(40：40：20)；
- 环己烷：丙酮(40：10)；
- 苯：二氧六环：乙醇：浓氨水(50：40：10：1)。

6.2.3 改良碘化铋钾显色剂

次硝酸铋 200 mg、碘化钾 5 g、碘 2 g、浓盐酸 1 mL、冰醋酸 1 mL 同于 500 mL 烧杯中搅拌，混匀后加水至 250 mL 再混匀。

6.3 仪器

- 电动振荡器；
- 离心机；
- 恒温水浴锅；
- 0.25 mm~0.3 mm 高效硅胶 G 薄层板；
- 层析缸；
- 喷雾器。

6.4 操作方法

6.4.1 提取

针剂、呕吐物、胃内容、尿等检材，取 0.5 g(mL)~5 g(mL)，不加内标物标准使用液，其他操作同

5.4.1.1.2。对照检材及空白检材中也不加内标物，对照检材中添加静松灵标准使用液 1 μ L。

6.4.2 检测

6.4.2.1 点样

距薄层板底部 1.5 cm~2.0 cm 处，间隔 1 cm~1.5 cm，依次点加检材、空白检材和对照检材的提取浓缩液适量及静松灵储备液 1 μ L~2 μ L。

6.4.2.2 展开

层析缸中放入选用的展开剂，将点好试样的薄层板放入层析缸中展开，当溶剂前沿展至 7 cm~10 cm 时，取出晾干。

6.4.2.3 显色

将展开、晾干后的薄层板置通风柜中，喷显色剂，片刻，静松灵显出桔红色斑点。

6.4.2.4 计算 R_f 值

R_f = 原点至斑点中心距离 / 原点至展开剂前沿的距离

6.5 结果评价

6.5.1 本法对静松灵纯品检出限为 0.1 μ g，有较高的灵敏度，适合于微量及痕量检材的定性分析。

6.5.2 用本法进行定性分析，应选择两种以上不同极性的展开剂展开，不同展开剂条件下静松灵的 R_f 值及检测限见表 2。 R_f 值与斑点颜色均与静松灵标准品相同，且空白无干扰时，方能得出肯定结论。

表 2 静松灵的 R_f 与检测限

项目	展开剂 1 氯仿：环己烷：丙酮 (40：40：20)	展开剂 2 环己烷：丙酮 (40：10)	展开剂 3 苯：二氧六环：乙醇：浓氨水 (50：40：10：1)
R_f	0.60	0.30	0.87
检测限	0.1 μ g	0.1 μ g	0.1 μ g

6.5.3 如果添加在空白检材中的静松灵相对回收率在 60% 以上，检材未出现相应的斑点，可以认为检材中不含静松灵，阴性结果可靠。如果静松灵的相对回收率在 60% 以下，检材未出现静松灵相应的斑点，属操作有误，阴性结果不可靠，应重新检验或用气相色谱及气质联用法验证。

前 言

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析标准化分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：山东省济南市公安局刑警支队、山东省公安厅科技处。

本标准主要起草人：梁凯军、李长立、陈鲁军、刘海燕、王可。

相对回收率(%)=(添加后经提取的静松灵/内标物的峰高及峰面积比的均值)/(添加量的静松灵/内标物混合标准液的峰高及峰面积比的均值)×100

5.4.2 定量分析

5.4.2.1 取样

准确称取或量取各种检材(呕吐物、胃内容、搅碎的肝等脏器组织 1 g,尿、血液、可疑针剂等 1 mL)两份。按其中静松灵含量的多少,用微量注射器准确加入内标物标准使用液 2 μL~20 μL(SKF_{525A} 2 μg~20 μg),混匀。另取相应的空白检材两份,用微量注射器准确加入静松灵/内标物混合标准使用液 4 μL~40 μL(静松灵 2 μg~20 μg;SKF_{525A} 2 μg~20 μg),混匀。

5.4.2.2 提取

根据不同检材的特点,分别选用 5.4.1.1.1 和 5.4.1.1.2 项中所述方法进行操作。

5.4.2.3 测定

按 5.4.1.2 项中所述操作进行。

5.4.2.4 记录与计算

5.4.2.4.1 记录检材及空白添加标准品中静松灵及内标物峰高或峰面积值

填入 GC 定量分析记录表中,并计算出检材中静松灵及内标物的平均峰高或峰面积。

5.4.2.4.2 计算相对校正因子

$f = \frac{\text{添加于空白检材中静松灵进样量}(\mu\text{g}) \times \text{内标物峰高或峰面积平均值}}{\text{添加于空白检材中内标物进样量}(\mu\text{g}) \times \text{静松灵峰高或峰面积平均值}}$

5.4.2.4.3 计算检材中静松灵含量 W(mg/100 g 或 100 mL)

$W = \frac{f \times \text{检材中静松灵峰高或峰面积平均值} \times \text{内标物添加量}(\mu\text{g}) \times 100}{\text{检材中内标物峰高或峰面积平均值} \times \text{检材量}(\text{g 或 mL}) \times 100}$

5.4.2.4.4 计算相对相差

$$\text{相对相差}(\%) = \frac{(|A - B| \times 2)}{(A + B)} \times 100$$

式中:A、B 为两份检材平行定量测定的数值。

5.5 结果评价

5.5.1 定性结果评价

5.5.1.1 气相色谱法(CG)法、气质联用法(CG/MS)在生物检材中的检出限分别为 5 ng/g(mL)及 0.2 μg/g(mL),静松灵及其内标物的气相色谱保留值及检出极限见表 1。如果添加于空白检材中的静松灵相对回收率在 60%以上,检材未出现相应的静松灵色谱峰,可以认为检材中不含静松灵,阴性结果可靠。如果静松灵的相对回收率在 60%以下,检材未出现相应静松灵色谱峰,原操作有误,阴性结果不可靠,应重新检验。

表 1 静松灵及其内标物的气相色谱保留值及检出极限

色谱条件	仪器	色谱柱	检测器	柱温	气化室温度/℃	检测器温度/℃	载气(N ₂)流速/(mL/min)	保留时间/min	纯品检出限/pg
色谱条件 1	瓦里安 3400	DB-5;30 m, 0.25 μm 毛细管柱	NPD	200℃,10℃/min, 280℃(5 min)	280	300	1.9-2	静松灵 2.89 内标物 4.62	5
色谱条件 2	HP 5890	DB-1;30 m, 0.25 μm 毛细管柱	NPD	220℃,10℃/min, 280℃(5 min)	280	300	1.9-2	静松灵 4.05 内标物 4.91	5

中毒检材中静松灵的定性定量分析方法

1 范围

本标准规定了中毒检材中静松灵的检验方法。

本标准适用于中毒检材中静松灵的定性分析和定量分析。

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。

GA/T 122—1995 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GA/T 122—1995 中确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

静松灵 2-(2,4-Dimethylphenylamido)-4H-5-dihydro-1,3-thiazole

C₁₁H₁₄N₂S=206.3,其他名称:二甲苯胺噻唑。

3.2

SKF_{525A} 2-Diethylaminoethyl-α,α-diphenylvalerate

C₂₃H₃₁NO₂=353.3,其他名称:丙基解痉素、波罗的芬。

4 检材

4.1 中毒者的呕吐物、血液、尿液。

4.2 中毒尸体的胃及吃剩食物、胃内容、尿、肺、肝、肾、心、脑、血液。

4.3 对怀疑注射人体内者,还需提供注射部位肌肉、可疑针剂、注射器及器皿等。

5 气相色谱法、气相色谱-质谱联用法

5.1 原理

5.1.1 气相色谱法(GC/NPD)原理

本法以 SKF_{525A} 为内标物,经提取分离、净化、浓缩后,用具有氮磷检测器(NPD)的气相色谱仪进行检测;经与静松灵标准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(已知浓度的静松灵和 SKF_{525A})进行比较,根据峰高比或峰面积值比,用内标法计算检材中静松灵的含量。

5.1.2 气相色谱-质谱联用法(GC/MS)原理

本法根据静松灵出峰的质谱图而定性;对静松灵选择质荷比 M/Z206 的离子峰,内标物选择质荷比 M/Z86 的离子峰,与平行操作的随行参比(已知浓度的静松灵和 SKF_{525A})进行比较,根据峰高比或峰面积值比,用内标法计算检材中静松灵的含量。

5.2 试剂

5.2.1 常规试剂

本法所用试剂均为分析纯,试验用水为蒸馏水。

a) 甲醇;