



中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 1634—2019

法庭科学 毛发、血液中苯丙胺等 四种苯丙胺类毒品检验 气相色谱和气相色谱-质谱法

Forensic sciences—Examination methods for four amphetamines including
amphetamine in hair and blood samples—GC and GC-MS

2019-10-14 发布

2019-12-01 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。

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、上海市公安局物证鉴定中心。

本标准主要起草人:朱军、刘耀、于忠山、常靖、宋歌、张玉荣、汪蓉、王瑞花。

法庭科学 毛发、血液中苯丙胺等 四种苯丙胺类毒品检验 气相色谱和气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了法庭科学毛发、血液中苯丙胺(AM)、甲基苯丙胺(去氧麻黄碱,MA)、3,4-亚甲二氧甲基苯丙胺(MDMA)和3,4-亚甲二氧基苯丙胺(MDA)的气相色谱(GC)定性定量检验方法和气相色谱-质谱(GC-MS)定性定量检验方法。

本标准适用于法庭科学毛发、血液中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺和3,4-亚甲二氧基苯丙胺的定性分析和定量分析。其他可疑样品中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺和3,4-亚甲二氧基苯丙胺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,按平行操作的要求,对毛发、血液样品进行提取、净化、浓缩及衍生化,采用气相色谱、气相色谱-质谱法定性定量分析,以目标物各组分或其衍生化产物的保留时间、质谱特征离子碎片峰和相对丰度比作为定性判断依据;以峰面积为定量依据,采用外标法或内标法进行定量分析。

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。除非另有说明,在分析中使用的试剂均为分析纯,试剂包括:

- a) 内标 4-苯基丁胺(4-PBA)或其他等效内标物;
- b) 甲醇;
- c) 乙醇;

- d) 环己烷;
- e) 三氯甲烷;
- f) 乙酸乙酯;
- g) 二氯甲烷/异丙醇/氨水(体积比 78 : 20 : 2)混合溶剂;
- h) 三氟乙酸酐(TFA)或其他等效酰化衍生化试剂或 N-甲基-N-(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺(MSTFA)等硅烷化衍生化试剂;
- i) 葡萄糖醛酸酶(12 单位/mL)/芳基硫酸酯酶(60 单位/mL)溶液;12 单位的葡萄糖醛酸酶与 60 单位芳基硫酸酯酶混合配制于 1 mL 的水中;
- j) 氢氧化钠溶液:
 - 1) 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4.0 g,用水溶解并稀释至 100 mL;
 - 2) 0.2 mol/L 氢氧化钠溶液:量取 1 mol/L 氢氧化钠溶液 2 mL,用水稀释至 10 mL;
 - 3) 20%氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 20 g,加入 80 mL 水,溶解并混匀;
 - 4) 10%氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 10 g,加入 90 mL 水,溶解并混匀;
- k) 0.1 mol/L 盐酸溶液:量取浓盐酸 8.3 mL,用水溶解并稀释至 1 000 mL;
- l) 1%盐酸甲醇溶液:量取浓盐酸 1 mL,用甲醇稀释至 100 mL;
- m) 1 mol/L 乙酸溶液;
- n) 磷酸盐缓冲液(pH 为 7.6):
 - 1) 0.133 mol/L 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)溶液:称取 35.76 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 或 18.89 g 无水 Na_2HPO_4 ,用水溶解并稀释至 1 000 mL;
 - 2) 0.133 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)溶液:称取 9.08 g KH_2PO_4 溶于 500 mL 水中;
 - 3) 磷酸盐缓冲液(pH 为 7.6):量取 0.133 mol/L Na_2HPO_4 溶液 86.8 mL、0.133 mol/L KH_2PO_4 溶液 13.2 mL 混匀,现用现配;
- o) 0.1 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)缓冲液(pH 为 6.0):
 - 1) 0.2 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)溶液:称取 2.72 g KH_2PO_4 ,用水溶解并稀释至 100 mL;
 - 2) 0.1 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)缓冲液(pH 为 6.0):量取 10 mL 0.2 mol/L KH_2PO_4 与 1.0 mL 0.2 mol/L 氢氧化钠,混匀,加水稀释至 20 mL,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1 mol/L HCl 溶液调至 pH 为 6.0;
- p) 标准溶液:
 - 1) 1.0 mg/mL 标准物质溶液:根据 AM、MA、MDA 和 MDMA 标准物质的纯度和盐型换算后,各称取适量,分别用甲醇配制 1.0 mg/mL AM、MA、MDA 和 MDMA 标准物质溶液,置于冰箱中冷藏保存,有效期 6 个月,或采用市售标准溶液;
 - 2) 单一标准工作溶液:由 1.0 mg/mL 标准物质溶液按适当比例稀释而得,浓度分别为 0.10 mg/mL AM、0.10 mg/mL MA、0.15 mg/mL MDA、0.15 mg/mL MDMA,置于冰箱中冷藏保存,有效期 3 个月,实验中所用其他浓度的单一标准工作溶液均由此单一标准工作溶液用甲醇稀释得到;
 - 3) 混合标准工作溶液 1:由 1.0 mg/mL 标准物质溶液按适当比例稀释而得,浓度分别为 0.10 mg/mL AM、0.10 mg/mL MA、0.15 mg/mL MDA、0.15 mg/mL MDMA,置于冰箱中冷藏保存,有效期 1 个月,实验中所用其他浓度的混合标准工作溶液均由此混合标准工作溶液用甲醇稀释得到;
 - 4) 混合标准工作溶液 2:由混合标准工作溶液 1 按适当比例稀释,得到浓度分别为 2 ng/mL AM、2 ng/mL MA、3 ng/mL MDA、3 ng/mL MDMA,置于冰箱中冷藏保存,现用现配;
 - 5) 1.0 mg/mL 内标溶液:根据内标 4-PBA 标准物质的纯度和盐型换算后,称取适量,用甲醇

配制 1.0 mg/mL 4-PBA 内标溶液,置于冰箱中冷藏保存,有效期 6 个月,或采用市售标准溶液;

- 6) 0.10 mg/mL 内标溶液:由 1.0 mg/mL 内标溶液按适当比例稀释而得,置于冰箱中冷藏保存,有效期 1 个月,实验中所用其他浓度的内标溶液均由此内标溶液用甲醇稀释得到。

注:特殊情况下可使用对照溶液代替标准溶液。

5.2 材料

材料包括:

- a) 具盖离心管;
- b) 具塞圆底玻璃试管;
- c) 具塞尖底玻璃试管;
- d) 固相萃取柱:Oasis MCX 柱或其他等效固相萃取柱,依次用甲醇、pH 为 6.0 的 0.1 mol/L KH_2PO_4 缓冲液活化;

注:Oasis MCX 柱是 Waters 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

- e) 一次性注射器。

6 仪器和设备

仪器和设备包括:

- a) 气相色谱仪:配有氮磷检测器(NPD)或火焰离子化检测器(FID);
- b) 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI);
- c) 电子天平;
- d) 振荡器;
- e) 离心机;
- f) 超声波清洗器;
- g) 移液器;
- h) 浓缩器;
- i) 烘箱;
- j) 微波炉。

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 样品提取

7.1.1.1 毛发样品

7.1.1.1.1 毛发清洗

取毛发检材样品 0.3 g~1.0 g,将毛发剪成长约 2 cm 碎段,称取约 100 mg 置小烧杯中,依次用二氯甲烷 10 mL、水 10 mL、二氯甲烷 10 mL 振荡清洗 2 min,自然晾干,于干净锡箔纸内密封后冷藏保存。同时,收集最后清洗毛发的二氯甲烷溶液,置于浓缩器上 45 °C 下浓缩至干,残留物按 7.1.1.1.4 进行衍生,供 GC 或 GC-MS 分析,结果呈阴性证明毛发外部无污染,否则重新清洗毛发,直至最后清洗溶液呈

阴性。

7.1.1.1.2 毛发水解

毛发水解分为：

- a) 酶水解：将洗净的毛发绞碎至1 mm~2 mm，称取50 mg，(若采用内标法，则加入0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液10 μ L，混匀)，加入磷酸盐缓冲液(pH 为7.6)2 mL，葡萄糖醛酸酶/芳基硫酸酯酶溶液75 μ L，置于烘箱内40 $^{\circ}$ C保温，保温时间2 h；
- b) 酸水解：将洗净的毛发绞碎至1 mm~2 mm，称取50 mg，(若采用内标法，则加入0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液10 μ L，混匀)，加入0.1 mol/L HCl 溶液1 mL，置于烘箱内90 $^{\circ}$ C保温，保温时间2 h~3 h；
- c) 碱水解：将洗净的毛发绞碎至1 mm~2 mm，称取50 mg，(若采用内标法，则加入0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液10 μ L，混匀)，加入1 mol/L 氢氧化钠溶液1 mL，置于烘箱内100 $^{\circ}$ C保温，保温时间15 min。

7.1.1.1.3 液液萃取

酶水解或酸水解后的毛发冷却至室温，加10%氢氧化钠溶液调pH>11(碱水解后的毛发不用调pH值，直接提取)，用2.5 mL 乙酸乙酯提取，振荡10 min，8 000 r/min 离心10 min，分离有机相，重复提取一次，合并两次提取的有机相，加入1%盐酸甲醇溶液20 μ L，置于浓缩器上45 $^{\circ}$ C下浓缩至干，残留物按7.1.1.1.4进行衍生。

7.1.1.1.4 衍生化

称取待衍生的残留物，加乙酸乙酯30 μ L，三氟乙酸酐或其他合适的衍生化试剂30 μ L，在微波炉功率为450 W下加热2 min(或于60 $^{\circ}$ C下加热30 min)，置于浓缩器上45 $^{\circ}$ C下浓缩至干，残留物用甲醇50 μ L溶解，作为检材样品衍生液供仪器分析。

当毛发样品中目标物含量较低时，可适当加大样品用量。

7.1.1.1.5 毛发质控样品制备

取等量空白毛发两份于具盖离心管中，一份作为空白样品，一份添加25 μ L 混合标准工作溶液2，作为添加样品(添加样品的浓度为1 ng/mg AM、1 ng/mg MA、1.5 ng/mg MDA、1.5 ng/mg MDMA)与检材平行操作，得到空白样品衍生液和添加样品衍生液供仪器分析。

若采用内标法，可不加添加样品，空白样品(不加内标)与检材平行操作，同时做内标物和标准物质的衍生化，供仪器分析。

7.1.1.2 血液样品

7.1.1.2.1 液液萃取

移取血液检材样品1.0 mL~2.0 mL于具盖离心管中，(若采用内标法，则加入0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液20 μ L，混匀)，加入20%的氢氧化钠200 μ L，混匀，加入环己烷6.0 mL，振荡5 min，8 000 r/min 离心5 min，分离有机相，有机相中加1%盐酸甲醇溶液30 μ L，置于浓缩器上45 $^{\circ}$ C下浓缩至干。残留物用甲醇50 μ L溶解，作为检材样品提取液供仪器分析。对于目标物含量较低的血液样品，残留物需按7.1.1.2.3进行衍生。

7.1.1.2.2 固相萃取

移取血液检材样品1.0 mL~2.0 mL于具盖离心管中，(若采用内标法，则加入0.10 mg/mL 4-PBA

内标溶液 20 μL , 混匀), 用 4 倍体积水稀释, 振荡 10 min, 8 000 r/min 离心 20 min, 上清液加入 0.1 mol/L KH_2PO_4 缓冲液 2 mL, 混匀, 转移至活化好的固相萃取柱中, 控制上清液过柱, 流速为 0.5 mL/min~1.0 mL/min, 依次用 1 mL 1.0 mol/L 乙酸溶液、3 mL 水淋洗, 抽干, 再用甲醇 6 mL 淋洗, 弃去淋洗液, 挤干水分或离心或真空抽固相萃取柱 2 min, 用二氯甲烷/异丙醇/氨水(体积比 78 : 20 : 2) 3 mL 洗脱, 控制流速为 0.5 mL/min~1.0 mL/min, 收集洗脱液并置于浓缩器上 45 $^{\circ}\text{C}$ 下浓缩至干, 残留物用甲醇 50 μL 溶解, 作为检材样品提取液供仪器分析。对于目标物含量较低的血液样品, 残留物需按 7.1.1.2.3 进行衍生。

7.1.1.2.3 衍生化

在 7.1.1.2.1 或 7.1.1.2.2 的残留物中, 加入乙酸乙酯 30 μL 、三氟乙酸酐或其他合适的衍生化试剂 30 μL , 在微波炉功率为 450 W 下加热 2 min(或于 60 $^{\circ}\text{C}$ 下加热 30 min), 置于浓缩器上 45 $^{\circ}\text{C}$ 下浓缩至干, 残留物用甲醇 50 μL 溶解, 作为检材样品衍生液供 GC、GC-MS 分析。

当血液样品中目标物含量较低时, 可适当加大样品用量。

7.1.1.2.4 血液质控样品制备

取等量空白血液两份于具盖离心管中, 一份作为空白样品, 另一份添加 10 μL 混合标准工作溶液 1, 作为添加样品(添加样品的浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mg}$ AM、1 $\mu\text{g}/\text{mg}$ MA、1.5 $\mu\text{g}/\text{mg}$ MDA、1.5 $\mu\text{g}/\text{mg}$ MDMA)与检材平行操作, 得到空白样品提取液(或衍生液)和添加样品提取液(或衍生液), 供仪器分析。

若采用内标法, 可不加添加样品, 空白样品(不加内标)与检材平行操作, 同时做内标物和标准物质的衍生化, 供仪器分析。

7.1.2 仪器检测

7.1.2.1 仪器条件

7.1.2.1.1 气相色谱条件

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:

- 1) HP-5 毛细色谱柱(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm)或其他等效色谱柱;
- 2) HP-1701 毛细色谱柱(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm)或其他等效色谱柱;

注: HP-5 和 HP-1701 为 Agilent 公司产品的商品名称, 给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果, 则可使用这些等效产品。

- b) 色谱柱温程: 170 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 230 $^{\circ}\text{C}$, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 7 min;
- c) 进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 检测器温度: 280 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 载气: 高纯氮;
- f) 柱流速: 1 mL/min;
- g) 进样方式: 分流进样;
- h) 分流比: 15 : 1;
- i) 检测器: NPD 或 FID。NPD 气体流速: 空气 175 mL/min, 氢气 4.0 mL/min, 尾吹 25 mL/min; FID 气体流速: 空气 300 mL/min, 氢气 30 mL/min, 尾吹 25 mL/min。

7.1.2.1.2 气相色谱-质谱条件

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:HP-5 MS 毛细色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他等效色谱柱;

注: HP-5 MS 为 Agilent 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

b) 色谱柱温程:80 ℃保持 2 min,以 30 ℃/min 速率升温至 280 ℃,保持 16.5 min;

c) 溶剂延迟时间:3 min;

d) 进样口温度:280 ℃;

e) 传输线温度:250 ℃;

f) 离子源温度:230 ℃;

g) 载气:高纯氮;

h) 柱流速:1 mL/min;

i) 进样方式:分流进样;

j) 分流比:20:1;

k) 电子轰击能量:70 eV;

l) 扫描方式:全扫描(SCAN),质量扫描范围 40 amu~450 amu;或选择离子监测(SIM);

m) AM、MA、MDA、MDMA、4-PBA 及其 TFA 衍生物的质谱特征离子碎片峰见表 1。

表 1 检测目标物的质谱特征离子碎片峰

序号	检测目标物名称	质谱特征离子碎片峰
1	AM	m/z 44*、m/z 91、m/z 42
2	MA	m/z 58*、m/z 91、m/z 134
3	MDA	m/z 44*、m/z 136、m/z 179
4	MDMA	m/z 58*、m/z 135、m/z 193
5	内标 4-PBA	m/z 45*、m/z 91、m/z 132
6	AM-TFA 衍生物	m/z 118*、m/z 140、m/z 91
7	MA-TFA 衍生物	m/z 154*、m/z 110、m/z 118
8	MDA-TFA 衍生物	m/z 135*、m/z 162、m/z 215
9	MDMA-TFA 衍生物	m/z 154*、m/z 162、m/z 135、m/z 110
10	内标 4-PBA-TFA 衍生物	m/z 91*、m/z 104、m/z 176
注:*表示基峰。		

7.1.2.2 进样

分别吸取检材、空白和添加样品提取液(或衍生液)及标准工作溶液,按 7.1.2.1 的分析条件进样分析。

7.2 定量分析

7.2.1 样品提取

7.2.1.1 毛发样品

称取清洗后的毛发检材样品 50 mg 两份(若采用内标法,则加入 0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液 10 μL,混匀),按 7.1.1.1.2~7.1.1.1.4 操作。当样品中目标物含量较低时,可适当加大样品用量。

另取等量空白毛发样品三份,其中两份分别添加 AM、MA、MDA、MDMA 标准物质作为添加样品[添加样品中目标物含量应为检材样品中目标物含量的 $(100\pm 50)\%$,若采用内标法,则添加样品中还需加入 0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液 10 μ L,混匀],另一份作为空白样品,与检材平行操作,得到空白样品衍生液和添加样品衍生液供仪器分析。

7.2.1.2 血液样品提取

移取血液检材样品 1.0 mL~2.0 mL 两份,(若采用内标法,则加入 0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液 20 μ L,混匀),按 7.1.1.2 操作。当样品中目标物含量较低时,可适当加大样品用量。

另取等量空白血液样品三份,其中两份分别添加 AM、MA、MDA、MDMA 标准物质作为添加样品[添加样品中目标物含量应为检材样品中目标物含量的 $(100\pm 50)\%$,若采用内标法,则添加样品中还需加入 0.10 mg/mL 4-PBA 内标溶液 10 μ L,混匀],另一份作为空白样品,与检材平行操作,得到空白样品提取液(或衍生液)和添加样品提取液(或衍生液)供仪器分析。

7.2.2 仪器检测

7.2.2.1 仪器条件

按 7.1.2.1 规定的条件分析。

7.2.2.2 进样

分别吸取检材、空白和添加样品提取液(或衍生液)及标准工作溶液,按 7.1.2.1 分析条件每个样品进样分析 2~3 次。若要报告测量不确定度,每个样品分析次数应不少于 6 次。

7.2.3 计算

7.2.3.1 计算含量

7.2.3.1.1 外标-单点法

记录各样品提取液(或衍生液)平行进样 2~3 次的目标物保留时间和峰面积值,按式(1)计算含量:

$$W = \frac{A_{\text{样}} \times M_{\text{添}} \times V_{\text{样}}}{A_{\text{添}} \times M_{\text{样}} \times V_{\text{添}}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

W ——检材样品中目标物的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)或微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

$A_{\text{样}}$ ——检材样品提取液中目标物峰面积平均值;

$M_{\text{添}}$ ——添加样品中目标物添加量,单位为微克(μg);

$V_{\text{样}}$ ——检材样品的定容体积,单位为毫升(mL);

$A_{\text{添}}$ ——添加样品提取液中目标物峰面积平均值;

$M_{\text{样}}$ ——检材样品的取样量,单位为克(g)或毫升(mL);

$V_{\text{添}}$ ——添加样品的定容体积,单位为毫升(mL)。

7.2.3.1.2 内标-单点法

记录各样品提取液(或衍生液)平行进样 2~3 次的目标物和内标物的保留时间和峰面积值,按式(2)计算校正因子,按式(3)计算含量:

$$f = \frac{M_{\text{标}} \times A_{\text{内}}}{M_{\text{内}} \times A_{\text{标}}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

f ——校正因子；

$M_{\text{标}}$ ——添加样品中目标物添加量，单位为微克(μg)；

$A_{\text{内}}$ ——添加样品中内标物峰面积平均值；

$M_{\text{内}}$ ——添加样品中内标物添加量，单位为微克(μg)；

$A_{\text{标}}$ ——添加样品中目标物峰面积平均值。

$$W = \frac{f \times A_{\text{样}} \times M_{\text{添}} \times V_{\text{添}}}{A_{\text{添}} \times M_{\text{样}} \times V_{\text{样}}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

W ——检材样品中目标物含量，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)或微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

f ——校正因子；

$A_{\text{样}}$ ——检材样品中目标物峰面积平均值；

$A_{\text{添}}$ ——添加样品中目标物峰面积平均值；

$M_{\text{添}}$ ——添加样品中目标物添加量，单位为微克(μg)；

$M_{\text{样}}$ ——检材样品的取样量，单位为克(g)或毫升(mL)；

$V_{\text{添}}$ ——添加样品的定容体积，单位为毫升(mL)；

$V_{\text{样}}$ ——检材样品的定容体积，单位为毫升(mL)。

7.2.3.2 计算相对相差

记录两份平行操作的检材样品中目标物的含量，按式(4)计算相对相差：

$$RD = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

RD ——相对相差，用百分比($\%$)表示；

X_1 、 X_2 ——两个检材样品平行定量测定的含量，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)或微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

$\bar{X}$ ——两个检材样品平行定量测定含量的平均值，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)或微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

8 结果评价

8.1 定性结果评价

8.1.1 气相色谱

阳性结果评价：在相同条件下进行样品测定时，检材样品中目标物的色谱峰保留时间与标准溶液(或衍生液)中目标物一致(相对误差在 $\pm 1\%$ 之内)，且应经过两种或两种以上不同色谱条件(两种或两种以上极性差别较大的色谱柱)分析验证，空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出相应目标物。如果空白样品有干扰，则阳性结果不可靠，应经气相色谱-质谱法进行验证。

外标法阴性结果评价：检材样品未出现与目标物标准溶液(或衍生液)中目标物一致的色谱峰，且添加样品中出现与标准溶液(或衍生液)中目标物一致的色谱峰，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。

内标法阴性评价：检材样品中未出现与目标物一致的色谱峰，且检材样品中出现与内标物一致的色谱峰，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。气相色谱方法检出限参见附录A。

8.1.2 气相色谱-质谱

阳性结果评价:在相同条件下进行样品测定时,检材样品中目标物的色谱峰保留时间与标准溶液(或衍生液)中目标物一致(相对误差在±1%之内),且在扣除背景后的检材样品质谱图中,目标物的质谱特征离子(不少于3个)与标准溶液(或衍生液)中目标物一致,特征离子丰度比与浓度接近的标准溶液相比,相对偏差不超过表2规定的范围,空白样品无干扰,则可判断检材样品中检出相应目标物。

表 2 特征离子丰度比的最大允许相对偏差范围

特征离子丰度比	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
最大允许相对偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

阴性结果评价:检材样品未出现与目标物标准溶液一致的色谱峰,且添加样品中出现与目标物标准溶液一致的色谱峰,空白样品无干扰,则可判断检材样品中未检出目标物。气相色谱-质谱方法检出限参见附录A。

8.2 定量结果评价

如果目标物含量的 $RD \leq 20\%$,定量数据可靠,其含量按两份检材的平均值计算。如果检材样品中目标物含量的 $RD > 20\%$,定量数据不可靠,应按7.2重新提取检验。

相关实验数据参见附录A,相关色谱图参见附录B。

附 录 A
(资料性附录)
相关实验数据

A.1 毛发样品相关检出限与定量分析线性范围

采用本标准提取、衍生化和 GC-MS 分析方法,苯丙胺、甲基苯丙胺、MDA 和 MDMA 最低实际添加检出限分别为 0.20 ng/mg、0.16 ng/mg、0.3 ng/mg、0.3 ng/mg,苯丙胺、甲基苯丙胺在 2 ng/mg~100 ng/mg 范围内,MDA 和 MDMA 在 3 ng/mg~100 ng/mg 范围内添加标准物质定量分析线性关系良好,回收率均大于 80%。

采用本标准提取、衍生化和 GC-NPD 分析方法,苯丙胺、甲基苯丙胺、MDA 和 MDMA 最低实际添加检出限分别为 0.20 ng/mg、0.16 ng/mg、0.3 ng/mg、0.3 ng/mg,回收率均大于 85%。

采用不同提取、衍生化方法和分析仪器,其具体的最小检出限和定量分析线性范围存在一定差异,以上数据仅供参考。

A.2 血液样品相关检出限与定量分析线性范围

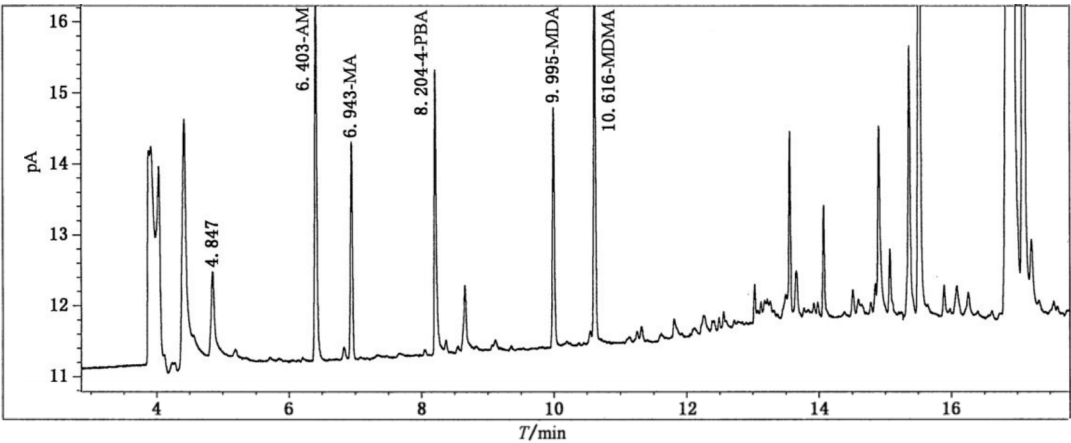
采用本标准提取、非衍生化和衍生化的 GC-MS 分析方法,不衍生化时,苯丙胺最低实际添加检出限为 35 ng/mL,甲基苯丙胺最低实际添加检出限为 35 ng/mL,MDA 最低实际添加检出限为 60 ng/mL,MDMA 最低实际添加检出限为 60 ng/mL,苯丙胺和甲基苯丙胺在 300 ng/mL~20 000 ng/mL 范围内,MDA 和 MDMA 在 500 ng/mL~20 000 ng/mL 范围内添加标准物质定量分析线性关系良好,回收率均大于 80%;衍生化后,苯丙胺最低实际添加检出限为 5 ng/mL,甲基苯丙胺最低实际添加检出限为 5 ng/mL,MDA 最低实际添加检出限为 10 ng/mL,MDMA 最低实际添加检出限为 10 ng/mL,苯丙胺和甲基苯丙胺在 50 ng/mL~10 000 ng/mL 范围内,MDA 和 MDMA 在 100 ng/mL~10 000 ng/mL 范围内添加标准物质定量分析线性关系良好,回收率均大于 80%。

采用本标准提取、非衍生化和衍生化的 GC-NPD 分析方法,不衍生化时,苯丙胺最低实际添加检出限为 10 ng/mL,甲基苯丙胺最低实际添加检出限为 8 ng/mL,MDA 最低实际添加检出限为 15 ng/mL,MDMA 最低实际添加检出限为 15 ng/mL,回收率均大于 80%;衍生化后,苯丙胺最低实际添加检出限为 5 ng/mL,甲基苯丙胺最低实际添加检出限为 3 ng/mL,MDA 最低实际添加检出限为 5 ng/mL,MDMA 最低实际添加检出限为 5 ng/mL,回收率均大于 85%。

采用不同提取、衍生化方法和分析仪器,其具体的最小检出限和定量分析线性范围存在一定差异,以上数据仅供参考。

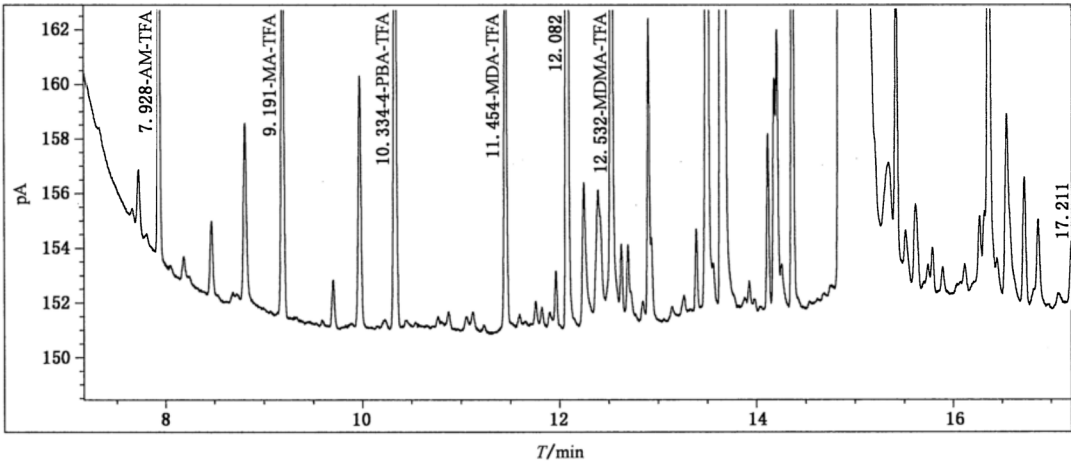
附录 B
(资料性附录)
相关色谱图

B.1 毛发、血液中苯丙胺类毒品相关气相色谱分析谱图见图 B.1~图 B.4。



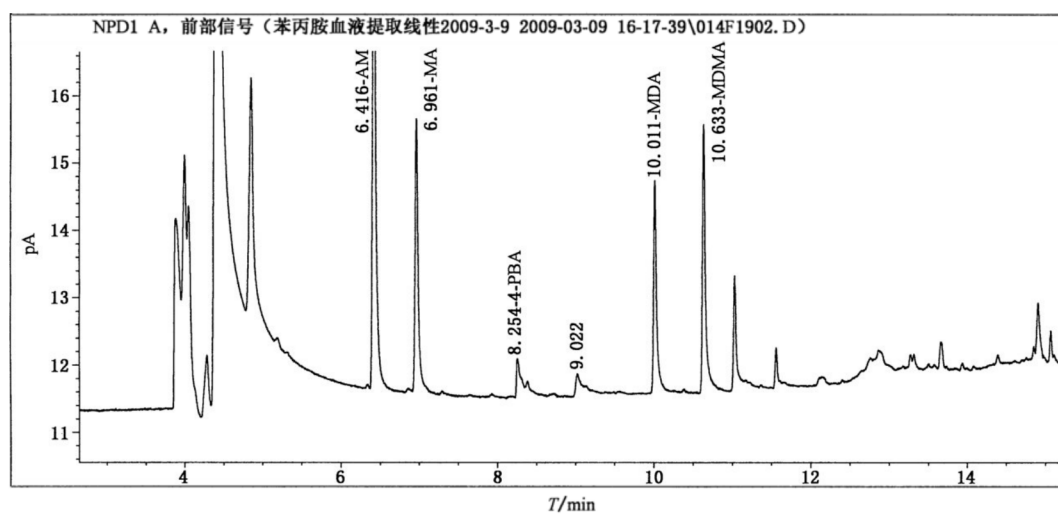
说明：
苯丙胺 —— 保留时间为 6.403 min；
甲基苯丙胺 —— 保留时间为 6.943 min；
内标 4-苯基丁胺 —— 保留时间为 8.204 min；
MDA —— 保留时间为 9.996 min；
MDMA —— 保留时间为 10.616 min。

图 B.1 毛发中添加苯丙胺类毒品 GC-NPD 分析色谱图



说明：
苯丙胺-TFA —— 保留时间为 7.928 min；
甲基苯丙胺-TFA —— 保留时间为 9.191 min；
内标 4-苯基丁胺-TFA —— 保留时间为 10.331 min；
MDA-TFA —— 保留时间为 11.454 min；
MDMA-TFA —— 保留时间为 12.532 min。

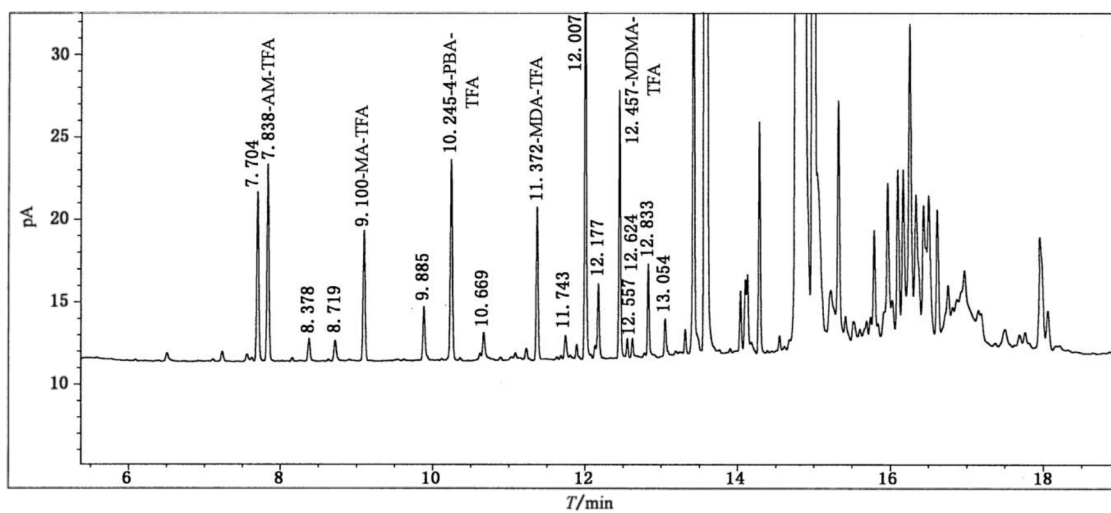
图 B.2 毛发中添加丙胺类毒品三氟乙酸酐衍生化 GC-NPD 分析色谱图



说明:

- 苯丙胺 —— 保留时间为 6.416 min;
 甲基苯丙胺 —— 保留时间为 6.961 min;
 内标 4-苯基丁胺 —— 保留时间为 8.254 min;
 MDA —— 保留时间为 10.011 min;
 MDMA —— 保留时间为 10.633 7 min。

图 B.3 血液中添加丙胺类毒品 GC-NPD 分析色谱图



说明:

- 苯丙胺-TFA —— 保留时间为 7.838 min;
 甲基苯丙胺-TFA —— 保留时间为 9.100 min;
 内标 4-苯基丁胺-TFA —— 保留时间为 10.245 min;
 MDA-TFA —— 保留时间为 11.372 min;
 MDMA-TFA —— 保留时间为 12.457 min。

图 B.4 血液中添加丙胺类毒品三氟乙酸酐衍生化 GC-NPD 分析色谱图

B.2 毛发、血液中苯丙胺类 GC-MS 分析色谱图见图 B.5 和图 B.6。

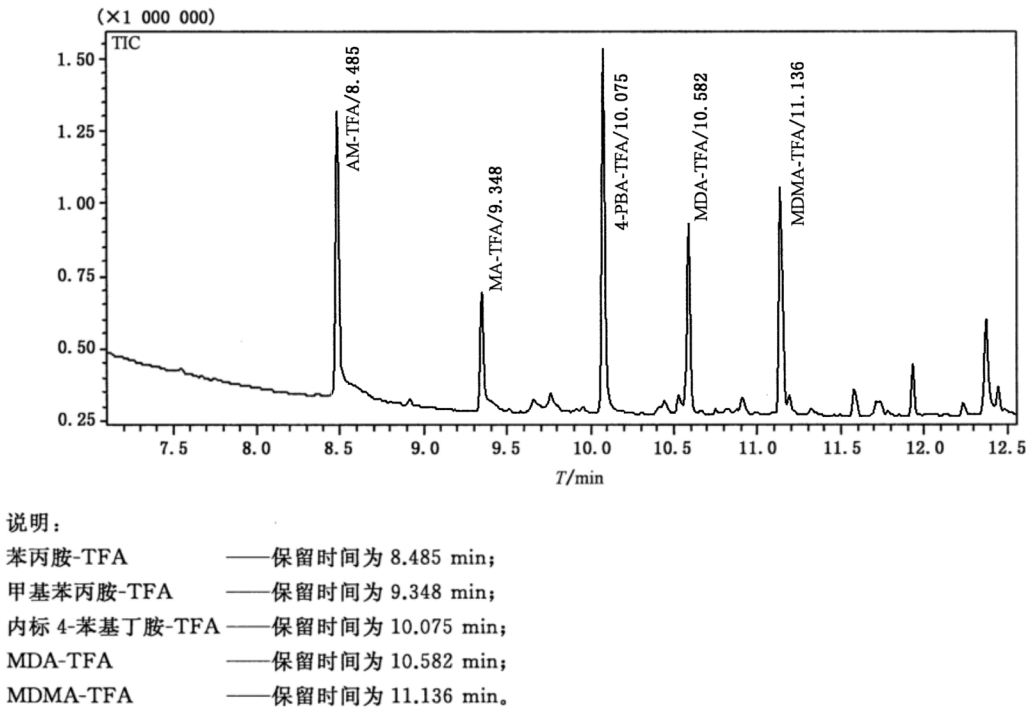


图 B.5 毛发中添加丙胺类毒品三氟乙酸酐衍生化 GC-MS 总离子流色谱图

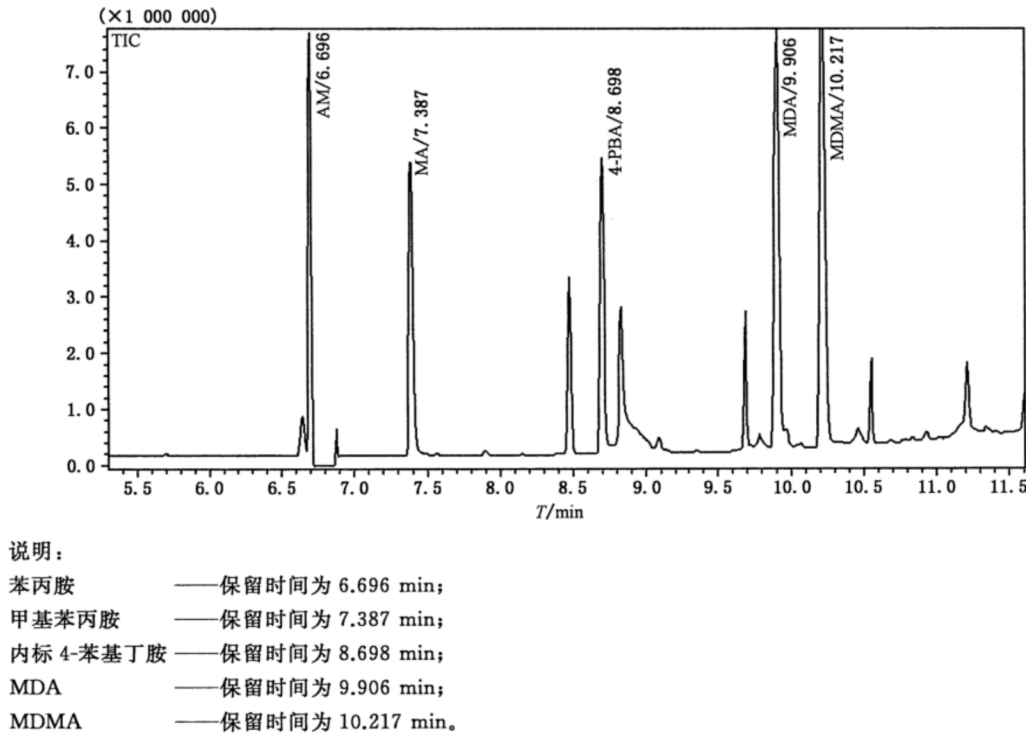


图 B.6 血液中添加丙胺类毒品 GC-MS 总离子流色谱图

中华人民共和国公共安全
行 业 标 准
法庭科学 毛发、血液中苯丙胺等
四种苯丙胺类毒品检验
气相色谱和气相色谱-质谱法
GA/T 1634—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

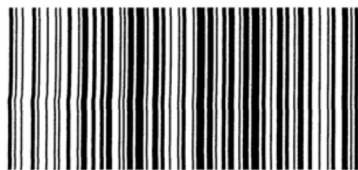
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2020年6月第一版 2020年6月第一次印刷

*

书号: 155066·2-35166 定价 21.00 元



GA/T 1634-2019

打印日期: 2020年6月9日



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)68510107