

ICS 13.310

CCS A 92

GA

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T ××××—××××

法庭科学 生物检材中毒物毒品定性 定量检验方法通用要求

Forensic sciences—General requirements for qualitative and
quantitative methods of biological samples in toxicological
analysis

××××—××—××发布

××××—××—××实施

中华人民共和国公安部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件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。

本文件起草单位：公安部物证鉴定中心、公安部禁毒情报技术中心、杭州市公安局、山东省公安厅、天津市公安局、济南市公安局、中国刑事警察学院。

本文件主要起草人：于忠山、任昕昕、王瑞花、王爱华、张云峰、常靖、董林沛、宋歌、魏春明、花镇东、应剑波、高宏、张广华、王群、武继锋、陈学国、邹波、李佳宜、吴小军、赵鹏。

法庭科学 生物检材中毒物毒品定性定量检验方法通用要求

1 范围

本文件规定了法庭科学生物检材（血、尿、肝、肾、胃及胃内容等）中毒物毒品定性定量检验的通用要求。

本文件适用于法庭科学生物检材（血、尿、肝、肾、胃及胃内容等）中毒物毒品检验的定性定量检验方法制定。其他非生物检材可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

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 定性分析

4.1 标准溶液配制

取标准物质一定量，用适当溶剂溶解，配制成一定浓度的标准物质储备液。密封，根据目标物的性质置于冰箱中冷藏或冷冻保存。或采用市售标准溶液。

实验中所用其他浓度的标准物质工作溶液均从上述标准物质储备液中用溶剂稀释制备。

所用标准物质及溶液均应在有效期内。

4.2 样品提取

移取血液等液体检材样品一定量，或称取较碎或匀浆的肝脏等固体检材样品一定量，选取合适的提取方式进行提取（包括但不限于沉淀蛋白、液液萃取、固相萃取等）。

4.3 质控样品制备

取等量相似基质的空白样品两份，一份作为空白样品，一份添加目标物标准物质一定量作为添加样品，与检材样品平行操作。

4.4 检测方法

仪器检测方法根据其选择性分为三类，见表1。当分析方法中包含一个A类方法时，宜至少再选用一个其他类别（A类、B类或C类）的方法；当目标物不适合用A类方法检测时，分析方法宜至少包含两个B类方法或一个B类和一个C类方法。联用方法（如气相色谱-质谱、液相色谱-质谱）可以被认为是两个不同类别的方法。

采用所选仪器检测方法对空白样品提取液、添加样品提取液、检材样品提取液、标准物质工作溶液分别进行检测，应采用合理的进样顺序和进样次数以确保结果有效性。

表1 检测方法的分类

类别	检测方法
A类 分子结构信息	质谱
	核磁共振
	红外光谱
	拉曼光谱
B类 特异性化学或物理性质	气相色谱
	液相色谱
	毛细管电泳
	离子迁移谱
	紫外/可见光谱（全谱）
	超临界流体色谱
	薄层色谱
C类 非特异性化学或物理性质	荧光光谱
	免疫学
	化学反应

5 定量分析

5.1 样品提取

移取血液等液体检材样品，或称取较碎或匀浆后的肝脏等固体检材样品两份，按4.2进行操作。

用单点校法定量时，取与检材样品等量的相似基质空白样品两份，添加标准物质作为添加样品，与检材样品平行操作，得到添加样品提取液。检材样品中目标物含量应在添加样品中目标物含量的（100±50）%范围内。

用校准曲线法定量时，取与检材样品等量的相似基质空白样品，添加标准物质，配制系列浓度的添加样品（至少具有5个校准点，不包括空白），与检材样品平行操作，得到添加样品提取液。检材样品中目标物的含量应在校准曲线的线性范围内。当检材样品中目标物含量超出校准曲线范围需要稀释时，应先考察稀释效应对定量结果的影响。

5.2 仪器检测

选用4.4中具有准确定量功能的至少一种仪器检测方法。

采用所选仪器检测方法对检材样品提取液、添加样品提取液、标准物质工作溶液进行检验，每个样品进样分析2~3次。当需要报告测量不确定度时，每个样品分析次数应不少于6次。

5.3 记录与计算

5.3.1 计算含量

5.3.1.1 内标-校准曲线法

记录检材样品提取液和添加样品提取液中目标物和内标的保留时间和峰面积值，以添加样品提取液中目标物与内标的峰面积比的平均值为纵坐标、添加样品中目标物的含量为横坐标进行线性回归，得到线性方程。根据检材样品提取液中目标物及内标的峰面积值，按公式(1)计算出检材样品中目标物的含量。

$$\omega = \frac{y-b}{a} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω —检材样品中目标物的含量；
- y —检材样品提取液中目标物与内标物的峰面积比的平均值；
- a —线性方程的斜率；
- b —线性方程的截距。

5.3.1.2 内标-单点校正法

记录检材样品提取液和添加样品提取液中目标物和内标的保留时间和峰面积值，按公式（2）计算检材样品中目标物的含量。

$$\omega = \frac{A \times A_i' \times \omega'}{A' \times A_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω —检材样品中目标物的含量；
- A —检材样品提取液中目标物的峰面积的平均值；
- A' —添加样品提取液中目标物的峰面积的平均值；
- A_i —检材样品提取液中内标物的峰面积的平均值；
- A_i' —添加样品提取液中内标物的峰面积的平均值；
- ω' —添加样品中目标物的含量。

5.3.1.3 外标-校准曲线法

记录检材样品提取液和添加样品提取液中目标物的保留时间和峰面积值，以添加样品提取液中目标物的峰面积的平均值为纵坐标、添加样品中目标物的含量为横坐标进行线性回归，得到线性方程。根据检材样品提取液中目标物的峰面积值，按公式（3）计算出检材样品中目标物的含量。

$$\omega = \frac{y-b}{a} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- ω —检材样品中目标物的含量；
- y —检材样品提取液中目标物的峰面积的平均值；
- a —线性方程的斜率；
- b —线性方程的截距。

5.3.1.4 外标-单点校正法

记录检材样品提取液和添加样品提取液中目标物的保留时间和峰面积值，按公式（4）计算检材样品中目标物的含量。

$$\omega = \frac{A \times \omega'}{A'} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- ω —检材样品中目标物的含量；
- A —检材样品提取液中目标物的峰面积的平均值；
- A' —添加样品提取液中目标物的峰面积的平均值；
- ω' —添加样品中目标物的含量。

5.3.2 计算相对相差

记录 5.3.1 中计算得到的检材样品中目标物的含量，按公式(5)计算相对相差：

$$RD = \frac{|\omega_1 - \omega_2|}{\bar{\omega}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：
RD—相对相差，用百分比（%）表示；
 ω_1 、 ω_2 —两份检材样品中目标物的含量；
 $\bar{\omega}$ —两份检材样品中目标物含量的平均值。

6 结果评价

6.1 定性结果评价

6.1.1 色谱定性结果评价

在相同条件下进行样品测定时，如果检材样品中目标物的色谱峰保留时间大于死体积的两倍，且与标准物质工作溶液中目标物色谱峰的保留时间一致（气相色谱相对误差在±1%之内，液相色谱相对误差在±2.5%之内），空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出目标物。
如果检材样品中未出现与目标物标准物质工作溶液一致的色谱峰，且添加样品中出现与目标物标准物质工作溶液一致的色谱峰，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。

6.1.2 质谱定性结果评价

6.1.2.1 单极质谱（低分辨）

在相同条件下进行样品测定时，如果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）与标准物质工作溶液一致，特征离子丰度比与浓度接近的标准物质工作溶液相比，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目标物。特殊情况下，根据质谱原理，目标物产生的特征离子少于3个时，可根据实际情况选择特征离子。
如果在扣除背景后的检材样品质谱图中，检材样品中未出现与标准物质工作溶液目标物一致的特征离子，且添加样品中出现与标准物质工作溶液中目标物一致的特征离子，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。

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%
最大允许相对偏差范围	±10%	±15%	±20%	±50%

6.1.2.2 串联质谱（低分辨）

在相同条件下进行样品测定时，如果检材样品中目标物的定性离子对（至少两对）与标准物质工作溶液一致，且离子对丰度比与浓度接近的标准物质工作溶液相比，相对偏差不超过表3规定的范围，空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出目标物。特殊情况下，根据质谱原理，目标物产生的特征离子对少于两对时，可根据实际情况选择特征离子对。
如果检材样品中未出现与标准物质工作溶液中目标物一致的特征离子对，且添加样品中出现与标准物质工作溶液中目标物一致的特征离子对，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。

表3 离子对丰度比的最大允许相对偏差范围

离子对丰度比	>50 %	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
最大允许相对偏差范围	±20%	±25%	±30%	±50%

6.1.2.3 高分辨质谱

在相同条件下进行样品测定时，如果检材样品中目标物前体离子的质荷比与理论质荷比一致（质荷比大于等于200时，质量精度小于等于 5×10^{-6} ；质荷比小于200时，质量精度小于1mDa），同时至少1个二级质谱特征离子与标准物质工作溶液一致（质荷比大于等于200时，质量精度小于等于 5×10^{-6} ；质荷比小于200时，质量精度小于1mDa），空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出目标物。

如果检材样品中未出现与标准物质工作溶液中目标物一致的特征离子，且添加样品提取液中出现与标准物质工作溶液中目标物一致的特征离子，空白样品无干扰，则可判断检材样品中未检出目标物。

6.1.3 其他仪器方法定性结果评价

结果评价应符合所选仪器方法的判定原则。

6.2 定量结果评价

如果两份检材样品中目标物含量的 $RD \leq 20\%$ ，定量数据可靠，其含量按两份检材样品的平均值计算。如果两份检材样品中目标物含量的 $RD > 20\%$ ，定量数据不可靠，应重新提取检验。
