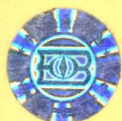
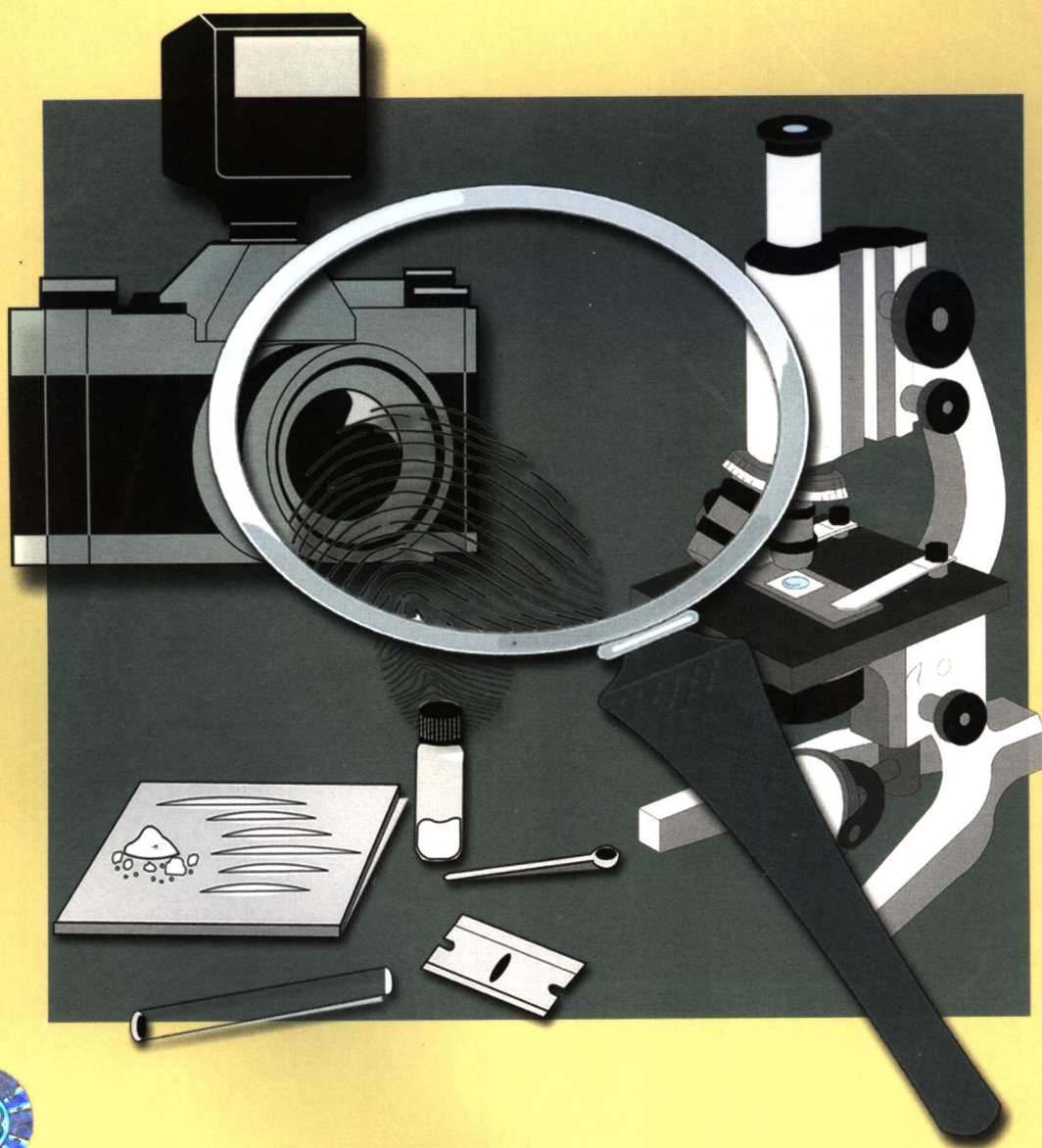


社会公共安全标准汇编

(刑事技术类 毒物、毒品检验篇)

公安部科技局 编



中国标准出版社

社会公共安全标准汇编

(刑事技术类 毒物、毒品检验篇)

公安部科技局 编

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

社会公共安全标准汇编·刑事技术类·毒物、毒品检验篇/公安部科技局编. —北京: 中国标准出版社, 2002

ISBN 7-5066-2756-6

I. 社… II. 公… III. ①公共场所—安全标准—汇编—中国②毒物—检验—安全标准—汇编—中国③毒品—检验—安全标准—汇编—中国 IV. D631.43-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 024789 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 16 字数 452 千字

2002 年 6 月第一版 2002 年 6 月第一次印刷

*

印数 1—1 500 定价 50.00 元

网址 www.bzebs.com

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

目 录

GA/T 101—1995	中毒检材中有机磷农药的定性定量分析方法	1
GA/T 102—1995	中毒检材中巴比妥类药物的定性定量分析方法	12
GA/T 103—1995	中毒检材中拟除虫菊酯类农药的定性定量分析方法	24
GA/T 104—1995	鸦片毒品中吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的定性分析及吗啡、可待因的定量分析方法	36
GA/T 105—1995	血、尿中乙醇、甲醇、正丙醇、乙醛、丙酮、异丙醇、正丁醇、异戊醇的定性分析及乙醇、甲醇、正丙醇的定量分析方法	43
GA/T 121—1995	中毒检材中斑蝥素的定性定量分析方法	51
GA/T 122—1995	毒物分析名词术语	60
GA/T 187—1998	中毒检材中敌敌畏、敌百虫的定性及定量分析方法	84
GA/T 188—1998	中毒检材中安定、利眠宁的定性及定量分析方法	94
GA/T 189—1998	中毒检材中氯丙嗪、异丙嗪、奋乃静的定性及定量分析方法	104
GA/T 190—1998	中毒检材中苯唑卡因、利多卡因、普鲁卡因、丁卡因、布比卡因的 GC/NPD 定性及定量分析方法	121
GA/T 191—1998	毒物分析鉴定书编写规程	128
GA/T 192—1998	毒物分析检验记录内容及格式	132
GA/T 193—1998	中毒案件采取检材规则	142
GA/T 194—1998	中毒案件检材包装、贮存、运送及送检规则	145
GA/T 195—1998	中毒检材中甲胺磷的定性及定量分析方法	148
GA/T 196—1998	涉毒案件检材中海洛因的定性及定量分析方法	159
GA/T 197—1998	涉毒案件检材中可卡因的定性及定量分析方法	166
GA/T 198—1998	中毒检材中氯喹的定性及定量分析方法	173
GA/T 199—1998	中毒检材中阿米替林、多虑平、三甲丙咪嗪、氯丙咪嗪、丙咪嗪的定性及定量分析方法	183
GA/T 200—1998	中毒检材中土的宁、马钱子生物碱的定性及定量分析方法	192
GA/T 203—1999	中毒案件检材中磷胺、久效磷的定性及定量分析方法	200
GA/T 204—1999	血、尿中的苯、甲苯、乙苯、二甲苯的定性及定量分析方法	208
GA/T 205—1999	中毒案件检材中毒鼠强的气相色谱定性及定量分析方法	214
GA/T 206—1999	涉毒案件检材中大麻的定性及定量分析方法	221
GA/T 207—1999	中毒案件检材中可卡因及其主要代谢物苯甲酰爱冈宁的 HPLC 和 GC 定性及定量分析方法	228
GA/T 208—1999	中毒案件检材中磷化物的定性及定量分析方法	237

中华人民共和国公共安全行业标准

中毒检材中有机磷农药的定性定量 分析方法

GA/T 101—1995

Qualitative and quantitative analysis methods
for organophosphorous pesticides
in case samples

1 主题内容与适用范围

本标准规定了中毒检材中有机磷农药的检验方法。

本标准适用于中毒案件生物检材中的敌敌畏、甲拌磷、内吸磷、乐果、甲基对硫磷、杀螟松、乙基对硫磷及其他化学结构相似的有机磷农药的定性定量分析。

2 引用标准

GA/T 122—1995 毒物分析名词术语

3 定义

本标准定义采用 GA/T 122—1995 标准中定义。

第一篇 气相色谱法

本标准需提供的检材有：中毒者的呕吐物、剩余食物、胃吸出液及中毒死亡者的胃内容物、胃组织、十二指肠内容物、血液、肺、肝及注射部位肌肉，以及现场收集的怀疑有农药的物证。

4 原理

本方法系采用外部质量控制的气相色谱的定性、定量分析方法，即检材与添加的阳性对照检材及阴性对照检材同时经过提取、净化及浓缩至一定体积后，用火焰光度或氮磷检测器气相色谱仪进行检测，以 RT 值（绝对保留时间）或 RRT 值（相对保留时间）作定性分析。与平行操作的添加标准品响应值比较，以峰面积或峰高为依据，用外标法计算检材中农药含量。

5 试剂（所有试剂均为分析纯）

5.1 丙酮

5.2 二氯甲烷

5.3 氯仿

5.4 苯

5.5 己烷

5.6 无水硫酸钠

5.7 中性层析氧化铝：将市售中性层析氧化铝于 130℃ 活化 3h，冷却后按 6% 比例加蒸馏水搅拌均匀

中华人民共和国公安部 1995-06-12 批准

1997-01-01 实施

后放回瓶内备用。

5.8 层析用活性炭:层析用颗粒活性炭或酸洗层析用颗粒活性炭。(0.43微米粒度,或20~40目)

5.9 农药标准储备溶液:精确称取适量的各种有机磷农药标准品,用丙酮配成每 mL 含 10mg 的溶液,作为储备液,置冰箱中保存。

5.10 单一农药标准使用液:将上述标准液用无水乙醇稀释至 100 倍,供 GC 分析用。置冰箱中保存,可使用半年。

5.11 混合农药标准使用液:取农药标准溶液,用丙酮配制含不同农药浓度的混合标准。其适宜浓度为:敌敌畏 25ng/ μ L;甲拌磷 12.5ng/ μ L;乐果 50ng/ μ L;甲基对硫磷 50ng/ μ L;乙基对硫磷 50ng/ μ L;杀螟松 100ng/ μ L。

5.12 氨基对硫磷标准品的制备:取 1g 左右工业品对硫磷溶于 50mL 乙醇:水(1:1)混合液中,摇匀后,移入 100mL 三角瓶中,加入 25mL 5mol/L 锌粉,装上回流管,并在 70~80℃ 水浴中回流 1h,放冷,将上清液滤至分液漏斗中,用 10% 氢氧化钠溶液调成碱性,用蒸馏水稀至 100mL 左右,用 30mL 己烷提取二次,合并己烷通过无水硫酸钠脱水,稀释至一定体积(经 GC 分析,氨基对硫磷保留时间小于对硫磷)。该标准品用作测定体内对硫磷代谢物定性分析对照用。

6 仪器

6.1 气相色谱仪:具有火焰光度检测器(或氮磷检测器)和色谱数据处理机。

6.2 电动振荡器

6.3 K·D 浓缩器

6.4 微量注射器:100,50,10,1 μ L

6.5 玻璃净化柱(也可用 50mL 分液漏斗代替)

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 提取

7.1.1.1 取呕吐物、胃内容物、十二指肠内容物各 2~5g 分别于蒸发皿中,加无水硫酸钠研磨成干砂状。放入 100mL 分液漏斗中,加二氯甲烷或氯仿 50、30mL 各振荡提取 15min,静置后,依次分别分出清液待净化用(如遇检验腐败检材中极性小的农药甲拌磷、对硫磷、甲基对硫磷、杀螟松等,可使用苯提取,效果较好)。

7.1.1.2 取血液 5mL,绞碎肝脏 5 克,绞碎胃组织 5 克于蒸发皿中,加无水硫酸钠研磨成干砂状,放入 100mL 分液漏斗中,以下按 7.1.1.1 自“加二氯甲烷”起依次操作。

7.1.1.3 取尿液 10~20mL 置分液漏斗中,以下按 7.1.1.1 自“加二氯甲烷”起依次操作。

7.1.1.4 阳性对照及阴性对照样品制备及提取:取 7.1.1.1 至 7.1.1.3 相对应的空白样品两份,一份精确添加单一或混合的标准品农药各 20~100 μ g,作阳性对照;另一份作阴性对照。提取方法同 7.1.1.1 至 7.1.1.3。

7.1.2 净化及浓缩

7.1.2.1 装柱:取长约 30cm,内径约 1.5cm 玻璃层析柱(也可用 50mL 分液漏斗代替)。于底层松塞上少许脱脂棉,依次加入无水硫酸钠 2~3g、中性层析氧化铝 5g(净化肝脏及胃等内脏组织需加 10g)。如遇有色素再加 0.5g 活性炭,顶端加 5~10g 无水硫酸钠。

7.1.2.2 净化:用与提取溶剂性质相同溶剂 20mL 淋洗装好的柱子,淋洗液弃去(注意淋洗时勿使柱中无水硫酸钠表层干涸)然后将 7.1.1 步的各试样提取液依次倒入各自的层析柱中,用层析柱活塞控制流速,以一滴接一滴流出净化液为宜,用三角瓶收集净化液,待第一次提取液将流完前,再倒入第二次提取液,待提取液流完后再用 20mL 提取溶剂洗脱一次。

检材如为新鲜血液,因其中杂质较少,提取液可用滤纸过滤,不必过层析柱。

如为腐败检材或油脂较多时,需先将提取液浓缩至 2~5mL,倒入柱顶,再用 50mL 溶剂洗脱,或加大层析氧化铝用量。

7.1.2.3 浓缩:将三角瓶中收集的净化液,移入 K·D 浓缩器中,根据浓度大小可浓缩至 0.2~0.5mL。

7.1.3 分析条件(参考值)

色谱柱:玻璃柱 内径 3mm 长 2.0m

检测器:火焰光度检测器(浓度低时可使用氮磷检测器)

7.1.3.1 分析条件 I

玻璃柱中装涂有 1.5%OV-17 和 5%DC-200 混合固定液的 Gas chrom Q 80~100 目(或用 60~80 目 chromosorb W AW DMCS 担体)固定相

柱温:210℃

检测器温:240℃

汽化室温:240℃

载气:N₂ 2.4kg(78mL/min)

燃气:H₂ 1.1kg(62mL/min)

空气 1 0.35kg(150mL/min)

空气 2 0.12kg(40mL/min)

7.1.3.2 分析条件 II

玻璃柱中装涂有 2.5%QF-1 和 5%DC-200 混合固定液的 Gas chrom Q 80~100 目(或用 60~80 目 chromosorb W AW DMCS 担体)固定相

柱温:200℃

检测器温:260℃

汽化室温:240℃

载气:N₂ 2.4kg(78mL/min)

燃气:H₂ 1.1kg(62mL/min)

空气 1 0.36kg(150mL/min)

空气 2 0.16kg(48mL/min)

7.1.3.3 分析条件 III

玻璃柱中装涂有 5%OV-210 固定液的 Gas chrom Q 80~100 目(或用 60~80 目 chromosorb W AW DMCS 担体)固定相

柱温:210℃

检测器温:250℃

汽化室温:250℃

载气:N₂ 60mL/min

燃气:H₂ 100mL/min

空气 1 100mL/min

空气 2 60mL/min

7.1.4 检测

7.1.4.1 进样

将各种检材提取浓缩液及阳性对照用添加已知标准品提取浓缩液及阴性对照空白组织提取浓缩液 1~3 μ L 注入上述任一条件色谱仪中,每个样品进样 2~3 次,并注射各单一标准品溶液。

7.1.4.2 记录

分别记录各样品的保留时间(RT)值,填入 GC 定性分析结果表中(见通用标准),并记录添加标准

品和纯标准品在同样进样条件下峰面积值。

7.1.4.3 计算

计算标准品及各样品中各种农药 RT 平均值,填入上述表中。

计算添加标准品即阳性对照样品的回收率

$$\text{外标法回收率}\% = \frac{\text{空白添加农药中某一组份峰面积(或峰高)平均值}}{\text{等量已知标准品农药中某一组份峰面积(或峰高)平均值}} \times 100$$

7.2 定量分析

7.2.1 提取

称取绞碎的检材(视检材情况)胃内容物、胃组织、血液、肝 1~5g 各 2 份(精确至 0.01g)。另取相对应的空白一份于蒸发皿或烧杯中,添加待测农药 1 至数种,每种含量,20.00 至 100.00 μg (视检材中农药含量而定)。以下按 7.1.1.1 自“加无水硫酸钠”起依次操作。

7.2.2 净化及浓缩

按 7.1.2 依次操作。

7.2.3 分析条件

按 7.1.3GC 三种分析条件任选一种,即采用与定性分析相同的条件进行定量分析。

7.2.4 检测

7.2.4.1 进样

将两份检材提取浓缩液及一份空白添加标准品提取浓缩液分别进样,根据其含量每种检材进样 1~3 μL 。各进样 2~3 次。

7.2.4.2 记录

记录检材及空白添加标准品峰面积值,并填入 GC 定量分析结果记录表,计算出各检材及添加的平均峰面积值。

7.2.5 计算含量

$$\text{含量: } W(\mu\text{g/g}) = \frac{A_{\text{控}} \times m_{\text{添}} \times V_{\text{控}} \times u_{\text{添}}}{A_{\text{添}} \times V_{\text{添}} \times u_{\text{控}} \times M}$$

式中: $A_{\text{控}}$ ——检材峰面积(峰高)平均值;

$A_{\text{添}}$ ——添加标准品峰面积(峰高)平均值;

$A_{\text{控}}$ ——检材峰面积(峰高)平均值;

$m_{\text{添}}$ ——空白添加标准品总量(μg);

$V_{\text{控}}$ ——检材浓缩至最后体积(mL);

$V_{\text{添}}$ ——空白添加标准品浓缩至最后体积(mL);

$u_{\text{控}}$ ——检材进样体积(μL);

$u_{\text{添}}$ ——空白添加标准品进样体积(μL);

M ——检材重量(g)。

7.2.6 计算相对相差

$$\text{相对相差: } (\%) = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \times 100$$

式中: X_1, X_2 为两份样品平行定量测定的数值。

8 分析结果评价

8.1 定性分析结果评价

8.1.1 回收率指标

当添加于空白样品中的标准品的回收率在 60% 以上,不管检材出现阳性或阴性结果均算可信;如添加于空白样品中的标准品的回收率在 60% 以下时,检材出现阴性结果,不能作否定结论,应重新操

作。

8.1.2 定性必备条件

如仅用 GC 分析法进行体内有机磷农药定性,必须使用两种以上不同极性的色谱柱或使用一种 GC 方法及一种 TLC 方法对体内农药、添加标准品农药及空白检材进行对照。检材中农药保留值与已知农药保留值一致时,空白又无干扰,才能得出肯定结论。

8.1.3 代谢物鉴定

有机磷农药在体内易代谢,如对硫磷代谢为氨基对硫磷,应以代谢物标样进行比对,如还不能确定,应进行气相色谱—质谱法分析。

8.1.4 杂质辨认

工业品农药中毒,用 GC 分析体内农药时,除出现农药主峰外,也会出现杂质小峰。为防止误认为其它农药,在农药定性分析时,最好以当地农药作对照。

8.2 定量分析结果的评价

两份检材在相同条件下所测出农药含量,如两份之间相对相差不超过 20%,说明该检材定量精密度是可靠的,检材含量取平均值;如相对相差超过允许范围,应重作。

第二篇 薄层色谱法

9 原理

本方法采用检材中的有机磷农药与空白添加标准有机磷农药试样和空白试样同时经过提取、净化及浓缩至一定体积后,用薄层分析法进行分离及显色,与标准品比较以获得相同的比移值 R_f 值作为定性分析的依据。

10 试剂

10.1 农药标准使用液:1mg/mL 有机磷农药溶液,供 TLC 分析用。置冰箱中保存,可使用半年。

10.2 环己烷 分析纯

10.3 石油醚 分析纯

10.4 硅胶 G 或硅胶 GF₂₅₄

10.5 二氯醌氯亚胺试剂:取 0.5g 的 2,6-二氯醌氯亚胺溶解于 100mL 乙醇中。

10.6 溴

10.7 溴酚兰试剂:取 0.1g 溴酚兰溶解于 10mL 丙酮中,再用 1%硝酸银丙酮水溶液(丙酮:水=1:3)稀释至 100mL。

10.8 5%醋酸液

10.9 1%间苯二酚无水乙醇液

10.10 5%氢氧化钠无水乙醇液

其它溶剂及试剂同 5。

11 器材

11.1 电动振荡器 同 6.2

11.2 K·D 浓缩器 同 6.3

11.3 玻璃净化柱 同 6.5

11.4 高效硅胶 GF₂₅₄薄层板或自涂硅胶 GF₂₅₄薄层板

11.5 层析缸

11.6 喷雾瓶

11.7 电动吸引器

11.8 微量注射器 10 μ L, 100 μ L

12 操作方法

12.1 提取与净化 同 7.1.1~7.1.2

12.2 检测

12.2.1 薄层板

高效薄层板或自制薄层板。

12.2.2 点样

各种农药标准品点样 3~5 μ g, 检材提取浓缩液适量点样。

12.2.3 展开剂

12.2.3.1 己烷(或环己烷): 丙酮=4:1

12.2.3.2 苯: 环己烷=4:1

12.2.3.3 环己烷: 氯仿=4:1

12.2.3.4 苯: 石油醚: 丙酮=7:2:1

12.2.4 显色

12.2.4.1 含硫磷酸酯显色剂之一: 二氯醌氯亚胺——溴法。

展开后薄层板晾干, 喷二氯醌氯亚胺试剂至板均匀(高效板可用浸渍法显色), 稍干, 置溴蒸气缸中熏 2 至 5s, 如有含硫磷酸酯农药存在, 出现橙红至黄色斑点。

12.2.4.2 含硫磷酸酯显色剂之二: 溴酚蓝——醋酸试剂法。

将展开后薄层板晾干, 喷溴酚蓝至板上出现均匀蓝色, 在 60 $^{\circ}$ C 烘箱中加热 5 至 10min, 再喷 5% 醋酸溶液至背景呈浅黄色, 农药斑点为蓝色。

12.2.4.3 敌敌畏、敌百虫显色剂: 间苯二酚——氢氧化钠试剂, 分别配制 1% 间苯二酚无水乙醇液; 5% 氢氧化钠无水乙醇液。

将展开后薄层板晾干, 先喷 1% 间苯二酚无水乙醇液, 再喷 5% 氢氧化钠乙醇液, 或临用前等量混和上述溶液喷板, 对板稍加热后, 敌敌畏、敌百虫显红色斑点, 背景浅绿色或无色, 其它含硫有机磷农药不显色。

12.3 阳性对照样品

根据阳性对照样品即添加于空白检材中农药 200 μ g, 经提取、净化浓缩至 0.5mL, 经点样 10 μ L, 同样将空白检材提取液点样 10 μ L。如阳性对照样品出现已知农药斑点而阴性对照样品无干扰, 说明农药回收较好。如不出现农药斑点, 说明农药回收率较低。

13 分析结果评价

13.1 本方法仅作定性分析

13.1.1 阳性对照回收估计

本方法阳性对照采用添加 200 μ g 农药于空白检材中, 经提取浓缩至 0.5mL, 点样 10 μ L, 相当于 4 μ g。如不出现农药斑点, 说明回收率较低。此时, 如检材未检出农药, 不能作否定结论, 应重作。

13.1.2 定性必备条件

作体内农药薄层定性, 必须使用两种以上不同极性展开剂, 并与标准品农药及空白检材进行对照分析。如检材中出现农药斑点的 R_f 值与已知农药斑点 R_f 均一致时, 空白无干扰, 可得出肯定结论。如薄层分析为阴性, 又不能排除农药中毒时, 必须进行气相色谱分析。

附录 A
有机磷类农药中毒诊断参考资料
(参考件)

A1 中毒症状

有机磷农药急性中毒的潜伏期,因品种、剂型和侵入途径不同而有差异。经口服中毒大多发生于0.5h内,短者10min,长者2h,敌敌畏最快,乐果最慢。死亡时间一般为1~5h,经呼吸道吸入时,一般30~50min出现瞳孔缩小、呼吸困难等症状。大剂量吸入高毒有机磷可发生闪电式中毒或死亡,经皮肤中毒,一般4~6h出现症状。

有机磷农药的急性中毒症状大多与胆碱酯酶活性被抑制有关,可归纳为毒碱样症状、烟碱样症状和中枢神经系统症状。

胆碱酯酶抑制症状:

(1) 毒碱样症状:乙酰胆碱蓄积使副交感神经兴奋,同时交感神经节后纤维也兴奋,表现为恶心、呕吐、腹泻、流涎、出汗、呼吸困难、紫绀、瞳孔缩小、眼痛、视物模糊。

(2) 烟碱样症状:乙酰胆碱蓄积使横纹肌兴奋,表现为肌肉的纤维颤动,常从眼睑、颜面、舌头开始,逐渐发展到全身痉挛,最后转为肌无力或肌麻痹,尤其是呼吸肌麻痹可构成死因之一。

(3) 中枢神经系统症状:脑内乙酰胆碱蓄积使中枢神经系统由过分兴奋转为抑制。患者先头痛、眩晕、躁动、谵语、共济失调、呼吸加快、血压升高、体温升高,进一步发展为昏迷、惊厥、血压下降、大小便失禁,因呼吸中枢麻痹而致死亡。

典型的严重有机磷中毒的临床症状有由轻而重的发展过程,可分为初发生症状期、痉挛期和麻痹期。还由于毒物侵入途径的不同,症状发生顺序也有所不同。吸入中毒时,瞳孔缩小,呼吸困难出现较早;经皮肤中毒时,最初中毒部位的肌肉纤维性颤动,并随着时间延长而加剧。在不太严重的情况下,仅出现中枢神经系统症状,瞳孔不一定缩小,呼吸困难不明显;口服中毒时,消化系统症状出现早,而后出现胆碱酯抑制的典型症状。

A2 尸体检验所见

不同品种的有机磷农药中毒所致的病理变化基本相同。急性中毒死者尸检可见下述征象:

A2.1 尸表观察 尸斑显著,呈暗紫色。尸僵早而强,部分案例可见腓肠肌和肱二头肌显著挛缩,有的尚可见股四头肌、腹直肌等骨骼肌的挛缩现象,尤以敌敌畏急性中毒尸检例为多见。口唇及指甲青紫。据观察,大多数尸检例瞳孔缩小;少数则两侧瞳孔也大小不对称;除经治疗者外,还有部分尸检例瞳孔不缩小,甚至呈不同程度的散大,眼结膜有散在点状出血,口鼻周围有白色泡沫,部分病例可闻及有机磷农药的特殊气味,夏季可见死苍蝇在口周围粘着。

A2.2 消化系统 口服大量有机磷中毒死亡的尸检例,切开胃后可闻到有机磷农药的特殊气味。有时可见黄色油状农药原液浮于胃内容物液面上;有机磷剂与胃内容物混合可呈白色乳状液。若口服少量高毒有机磷农药死亡或经洗胃,上述现象不明显。胃及十二指肠粘膜充血并有点状出血。敌敌畏等有腐蚀性的有机磷农药可使胃底粘膜呈大片灰白色腐蚀性损害。镜下见胃粘膜表层坏死、点状出血,粘膜下层充血、水肿。食管下段、十二指肠和空肠上段粘膜也可见类似胃粘膜的损害。大多数尸检例胃肠壁平滑肌出现收缩波,以小肠壁纵行肌层较明显。肝显著淤血、水肿。胰腺包膜下及间质可见灶性出血;因分泌过度,胰腺腺泡上皮细胞内可见空泡形成。

A2.3 心血管系统 右心房及右心室轻度扩张,右心室及静脉内充满暗红色流动性血液,心肌间质充血、水肿。

A2.4 呼吸系统 气管及支气管腔内有多量白色泡沫液体,肺水肿多较明显、镜下见肺显著淤血、水肿,有的还见灶性出血。部分尸检例见细小支气管痉挛性收缩,管壁肌层增厚,支气管粘膜形成皱襞向腔内聚集,使在横切面上呈花边状。肺气肿区和肺不张区常相间存在。

A2.5 中枢神经系统 软脑膜淤血水肿,脑内小血管扩张淤血,呈明显脑水肿,部分尸检例可见小突神经胶质细胞肿胀和小血管周围渗出性出血。

A3 有机磷农药对成人口服致死量

敌百虫	10~20g
敌敌畏(25%乳剂)	10~14g
对硫磷	0.1~0.3g
甲基对硫磷	0.3~1.0g
内吸磷	0.24g
甲拌磷	0.1g
乐果	2g
马拉硫磷	60g

附录 B
有机磷农药 GC 分析图
(参考件)

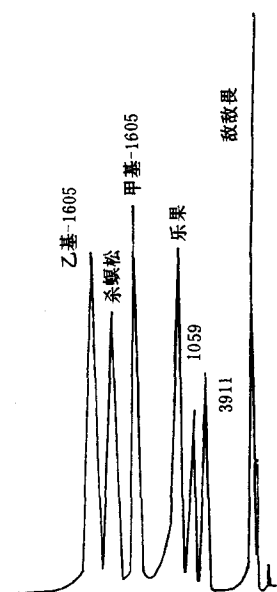


图 B1 七种有机磷农药分离图(条件一)

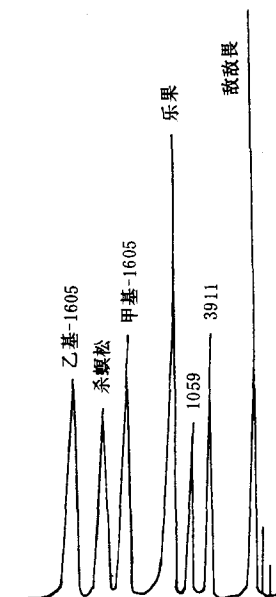


图 B2 七种有机磷农药 GC 分离图(条件二)



图 B3 七种有机磷农药分离图(条件三)

农药	条件一	条件二	条件三
DDVP	40"	48"	0.95'
3911	2'15"	2'25"	1'67"
1059	2'35"	3'3"	2'78"
乐果	2'55"	3'42"	4'48"
甲-1605	4'22"	5'30"	5'83"
杀螟松	5'0"	6'20"	6'32"
乙-1605	5'48"	7'28"	7'33"

附录 C
有机磷农药薄层层析的比移值 R_f
(参考件)

比移值 R_f 展开剂	四〇 四九	双硫 磷	一〇 五九	甲基 一六 〇五	一六 〇五	三硫 磷	乐果	亚胺 硫磷	一二 四〇	二溴 磷	杀螟 松	三九 一一	苏化 二〇 三	辛硫 磷	敌百 虫	敌敌 畏
环己烷：丙酮 4：1	0.36	0.33	0.72 0.3	0.39	0.55	0.72	0.07	0.27 0.58	0.65	0	0.44	0.77 0.31	0.63	0.55	0.24	0.25
苯：环己烷 4：1	0.15	0.39	0.55 0.03	0.46	0.62	0.85 0.91	0	0.60	0.59 0.70	0	0.52	0.65	0.70	0.72	0	0.58
苯：石油醚：正己烷 6：2：2	0.64	0.27	0.48	0.42	0.56	0.70 0.29	0	0.08	0.65 0.72	0.50 0.67 0.80	0	0.51	0	0.58	0	0
石油醚：丙酮 9：1	0	0.66 0.41	0.40	0.88	0.50	0	0	0.89 0.31	0.24	0	0.68	0.97	0.34	0	0	0
正己烷：丙酮：无水乙醇 80：20：2	0.48	0.46	0.81 0.44	0.46	0.60	0.79	0.13	0.30	0.83 0.69	0	0.5	0.88	0	0.63	0	0.27
苯：庚烷：丙酮 8：2：1	0.86 0.10	0.95 0.45	0.90	0.95	0.95	0.10	0.68	0.89 0.42	0.83	0.92	0.47	0.92	0.81	0	0	0
氯仿：丙酮 9：1	0.98	0.98	0.90	0.98	0.97	0.90	0.42	0.96	0.95	0.95	0.95	0.95	0.98	0	0.54	0.90
氯仿：丙酮 4：1	0.98	0.90	0.98	0.97	0.95	0.96 0.45	0.48	0.97	0.98	0.96	0.98	0.97	0.98	0.98	0.98	0.98
苯：石油醚：丙酮 7：2：1	0.68	0.77	0.87 0.41	0	0.84	0.96	0.10	0.80	0.89	0.32	0.88	0.96	0.95	0.91	0.40	0.42
环己烷：氯仿 1：1	0.63 0.54 0.22	0.35	0.59 0.57	0.40	0.46	0.66 0.85 0.56	0	0.52 0.22	0.98 0.48	0	0.37	0.62	0.57	0.55	0.09	0.30
石油醚：丙酮 4：1	0.95	0	0.83	0.95	0.89	0.83	0.19	0.75 0.45	0.76	0	0.95	0.84	0.40	0	0.68	0.67

附加说明：

本标准由中华人民共和国公安部二所提出。

本标准由中华人民共和国全国刑事技术标准化技术委员会归口。

本标准由中华人民共和国公安部二所毒化室起草。

本标准主要起草人徐婉、赵敬真。

中华人民共和国公共安全行业标准

中毒检材中巴比妥类药物的 定性定量分析方法

GA/T 102—1995

Methods of qualitative and quantitative analysis
for barbiturates in case samples

1 主题内容与适用范围

本标准规定了中毒检材巴比妥类药物的检验方法

本标准适用于中毒检材中的巴比妥、苯巴比妥、速可眠、戊巴比妥、异戊巴比妥、硫喷妥及其他化学结构相似的巴比妥类药物的定性、定量分析。

2 引用标准

GA/T 122—1995 毒物分析名词术语

3 定义

本标准定义采用 GA/T 122—1995 标准中的定义。

第一篇 气相色谱法

本标准可提供的检材有：中毒者的血、尿、中毒死亡者的血、肝、尿、肾、脑、胆汁、胃及胃内容物等；对怀疑注射入体内者，还需提供注射部位肌肉。凡有现场的还需提供现场收集怀疑含有药物的物证。

4 原理

本方法系采用在生物检材中加入内标药物，经提取、净化、浓缩后，用具有火焰离子化检测器(FID)或氮磷检测器(NPD)的气相色谱仪测其中药物。经与本组药物标准品对照，以绝对保留时间 RT 值或相对保留时间 RRT 值作定性分析。与平行操作的对照标准品比较，以峰面积为依据，用内标法进行定量。

氮磷检测器比火焰离子化检测器具有较高的灵敏度，可用来分析含治疗量以下的生物检材中的巴比妥类药物。

在相同色谱条件下，巴比妥类药物的甲基衍生物的灵敏度高于原体药物，对生物检材中巴比妥类药物可进行衍生化后再分析其衍生物。

5 试剂

所有试剂，均为分析纯。

5.1 无水乙醇

5.2 浓盐酸

5.3 乙醚

- 5.4 氯仿
- 5.5 无水硫酸钠
- 5.6 0.45mol/L 氢氧化钠:将 9g 氢氧化钠用蒸馏水溶解,置 500mL 容量瓶中,稀释至刻度。
- 5.7 6mol/L 盐酸
- 5.8 三级活度中性层析氧化铝:取市售中性层析氧化铝于 130℃ 烘箱中烘 3~4h,冷后立即按 6% 比例加蒸馏水搅拌均匀,放回原瓶中备用。
- 5.9 层析用颗粒活性炭 0.43~0.5mm 或 20~40 目。
- 5.10 单一药物标准储备溶液:精密称取巴比妥类各种药标准品 100mg,分别于 10mL 容量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,混匀,得每毫升含 10mg 药物的标准液,置 -10℃ 冰箱中保存。该液可使用一年。
- 5.11 单一药物标准使用液 精密量取单一药物标准储备液巴比妥、异戊巴比妥、戊巴比妥、速可眠、硫喷妥各 1mL,苯巴比妥 2mL 分别移入 10mL 容量瓶中,各加无水乙醇至刻度,混匀,得每毫升乙醇各含 1mg 巴比妥、异戊巴比妥、速可眠、硫喷妥、戊巴比妥及 2mg 苯巴比妥的标准使用液,置 4℃ 冰箱中保存。该溶液可使用半年。
- 5.12 混合药物标准使用液 各取单一药物标准储备液巴比妥、异戊巴比妥、速可眠、硫喷妥各 1mL、苯巴比妥标准溶液 2mL 于同一个 10mL 容量瓶中,加无水乙醇至刻度,混匀。得每毫升乙醇液含苯巴比妥 2mg,其他巴比妥类药物各 1mg 混合的标准使用液。该溶液可使用半年。
- 5.13 内标物标准溶液 精密称取内标物烯丙异丙巴比妥(Aprobarbital)100mg 于 10mL 容量瓶中,加无水乙醇至刻度,混匀。得每毫升乙醇液含内标物 10mg 的标准贮备液。混匀,置 4℃ 冰箱中保存。
- 5.14 内标物标准使用液 精密量取内标物标准溶液 1mL 于 10mL 容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,混匀。得每毫升含内标物 1mg 的使用液。置 4℃ 冰箱中保存。该溶液可使用半年。
- 5.15 pH9 碳酸钠液:25g 碳酸钠溶于 100mL 蒸馏水中。
- 5.16 硫酸二甲酯(此试剂为刺激性有毒液体,使用时不得外溢)。
- 5.17 四氯化碳

6 仪器

- 6.1 气相色谱仪:具有火焰离子化检测器(FID)及氮磷检测器(NPD),和色谱数据处理机。
- 6.2 电动振荡器
- 6.3 K、D 浓缩器
- 6.4 台式通用旋涡振荡器
- 6.5 水浴锅
- 6.6 微量注射器 10 μ L、100 μ L

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 提取 取检血 5mL、尿 10mL、胆汁 5mL 及胃内容物、绞碎的肝、胃、肾、脑等组织各 5g 分别放于 100mL 具塞三角烧瓶中,各加入内标物标准使用液 100 μ L(含 100 μ g 内标物),混匀。另取一份相应的空白脏器作空白对照,在上述样品中(尿、胆汁除外)各加入 5mL 无水乙醇,充分振荡使蛋白发生絮状沉淀,再加 6mol/L 盐酸调节酸度至 pH2,用乙醚 50mL 振荡提取 15min,静置澄清后,分出乙醚于另一三角瓶中或缓慢倒入已填装好的净化柱中。残渣再用乙醚 30mL,振荡提取 15min,再分出乙醚。

7.1.2 净化及浓缩

7.1.2.1 装柱 取长约 20~30cm 内径约 1.5cm 下口具活塞的玻璃层析柱(也可用 50mL 分液漏斗代替)。于底层松松塞上少许脱脂棉,依次装入无水硫酸钠 2~3g,三级活度中性层析氧化铝 10~15g,如遇