

司法鉴定技术规范

SF/Z JD0107002-2010

血液中氰化物的测定 气相色谱法

2010-04-07 发布

2010-04-07 生效

中华人民共和国司法部
司法鉴定管理局 发布

前 言

本标准由中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本标准由中华人民共和国司法部归口。

本标准起草单位：中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所。

本标准主要起草人：刘伟、卓先义、向平、沈保华、卜俊、马栋、严慧。

血液中氰化物的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了血液中氰化物的气相色谱定量分析方法。

本标准适用于血液中氰化物的气相色谱定量分析。

本标准的方法检出限为0.04 $\mu\text{g/mL}$ ；定量下限为0.10 $\mu\text{g/mL}$ 。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682-2008, ISO 3696: 1987, MOD）

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 原理

氰化物在酸性条件下形成氰氢酸，而氰氢酸具易挥发性，经衍生化后可用气相色谱/电子捕获检测器进行检测；经与平行操作的氰化物对照品比较，以外标-标准曲线法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 氰化钠或氰化钾

分析纯，含量 95% 以上。

4.2 氰化钠或氰化钾对照品溶液

精密称取对照品氰化钠（或氰化钾）适量，用 4% NaOH 溶液配成 1.0mg/mL 的氰化钠（或氰化钾）标准储备溶液，置于冰箱中冷藏保存，有效期为 12 个月。试验中所用其它浓度的标准溶液均从上述储备液稀释而得，冰箱中冷藏保存，有效期为 3 个月。

4.3 氯胺 T。

4.4 0.5% 氯胺 T 溶液。

4.5 磷酸。

5 仪器

5.1 气相色谱仪

配有电子捕获检测器(ECD)。

5.2 分析天平

感量 0.1mg。

- 5.3 10mL 顶空钳口瓶。
- 5.4 硅橡胶垫。
- 5.5 铝帽。
- 5.6 密封钳。
- 5.7 恒温水浴锅。
- 5.8 1mL 卡介苗注射器或气密注射器。
- 5.9 精密移液器。

6 测定步骤

6.1 样品处理

精密吸取血液样品 200 μ L 置于已装有 4mL 水的 10mL 顶空钳口瓶中,混匀,瓶中放入加有 1mL 0.5% 氯胺 T 溶液的内管,再加 100 μ L 磷酸于待检血液中,立即加盖密封。待检瓶在 65 $^{\circ}$ C 水浴中平衡 30min,取 0.4mL 液上气体注入气相色谱仪中分析。

6.2 样品测定

6.2.1 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱: SE-30 熔融石英毛细管柱 (30m \times 0.22mm \times 0.25 μ m) 或相当者;
- b) 柱温: 40 $^{\circ}$ C;
- c) 载气: 氮气 (含量 \geq 99.999%);
- d) 进样口温度: 120 $^{\circ}$ C;
- e) 检测器温度: 300 $^{\circ}$ C。

6.2.2 定量测定

本方法中采用外标-标准曲线法定量测定。用空白血液添加适量氰化钠 (或氰化钾) 对照品制得一系列标准样品,以氰化钠 (或氰化钾) 衍生化物的峰面积对氰化钠 (或氰化钾) 浓度绘制标准曲线,并且保证所测样品中氰化物的浓度值在其线性范围内。

6.3 平行试验

样品应按以上步骤同时平行测定两份。平行试验中两份检材测定结果按两份检材的平均值计算,双样相对相差不得超过 20% (腐败检材不得超过 30%)。双样相对相差按下式计算:

$$\text{双样相对相差 (\%)} = \frac{|C_1 - C_2|}{\bar{C}} \times 100$$

式中:

C_1 、 C_2 ——两份样品平行定量测定的结果;

\bar{C} ——两份样品平行定量测定结果的平均值 $(C_1 + C_2) / 2$ 。

6.4 空白试验

取空白全血 200 μ L,按上述步骤进行分析。

7 结果计算

以外标-校准曲线法计算被测样品中氰化物浓度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$)。