



中华人民共和国国家标准

GB/T 39874—2021

疑似毒品中溴西泮检验 气相色谱和气相色谱-质谱法

Examination methods for bromazepam in suspected drugs—
Gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry

2021-04-30 发布

2021-08-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂	1
6 仪器和设备	2
7 操作方法	2
7.1 定性分析	2
7.2 定量分析	3
8 结果评价与表述	5
8.1 定性结果评价	5
8.2 定量结果评价	5
8.3 结果表述	6
8.4 测量不确定度的评定与表述	6
9 检出限	6
附录 A (资料性附录) 内标法标准溶液和外标法样品提取操作参数	7
附录 B (资料性附录) 溴西洋相关资料	8

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。

本标准由中华人民共和国公安部提出。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会(SAC/TC 179)归口。

本标准起草单位:公安部物证鉴定中心。

本标准主要起草人:高利生、张春水、郑琿、赵阳、钱振华、常颖、翟晚枫、李彭、赵彦彪、杨虹贤、郑晓雨、闻武、刘克林、黄星、王一、王蔚昕。

疑似毒品中溴西洋检验

气相色谱和气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了溴西洋的气相色谱-质谱(GC-MS)定性检验方法和气相色谱(GC)定量检验方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、操作方法以及结果评价与表述。

本标准适用于疑似毒品固体样品中溴西洋的定性分析和定量分析。

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 27418 测量不确定度评定和表示

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

对疑似毒品固体样品中的溴西洋进行提取。采用气相色谱-质谱检测,以保留时间、特征离子碎片和离子丰度比作为定性判断依据;采用气相色谱检测,以色谱峰面积作为定量依据,用外标单点法或内标标准曲线法进行定量分析。

5 试剂

除非另有说明,在分析中使用的试剂均为色谱纯。

5.1 甲醇。

5.2 内标物:丙基解痉素(SKF_{525A})(纯度不小于95%)。

5.3 标准物质储备液:1.0 mg/mL 溴西洋标准物质储备液,0℃~4℃冷藏保存,有效期12个月。

5.4 内标标准曲线法定量用内标储备液:称取SKF_{525A} 500 mg,用甲醇定容到50 mL容量瓶中,配制成10.0 mg/mL SKF_{525A}内标储备液。0℃~4℃冷藏保存,有效期12个月。

5.5 定性用标准工作溶液:移取溴西洋标准物质储备液适量,用甲醇稀释,配制成0.1 mg/mL的溴西洋标准工作溶液。0℃~4℃冷藏保存,有效期3个月。

5.6 定性质控标准工作溶液:移取溴西洋标准物质储备液适量,用甲醇稀释,配制成0.005 mg/mL的溴西洋标准工作溶液。0℃~4℃冷藏保存,有效期1个月。

5.7 外标单点法定量用标准工作溶液:移取溴西洋标准物质储备液适量,用甲醇稀释,配制成0.1 mg/mL的溴西洋标准工作溶液。0℃~4℃冷藏保存,有效期3个月。

5.8 内标标准曲线法定量用标准工作溶液:制备方法参见附录 A 中表 A.1,移取相应体积的溴西洋标准物质溶液、10.0 mg/mL SKF_{525A} 内标储备液、甲醇至进样瓶中,配制成溴西洋质量浓度为 0.01 mg/mL~0.5 mg/mL 范围的标准工作溶液,至少配制 5 个浓度。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。
- 6.2 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。
- 6.3 离心机。
- 6.4 电子天平:定性检验实际分度值 d 小于或等于 0.1 mg,定量检验实际分度值 d 小于或等于 0.01 mg。
- 6.5 涡旋振荡器。
- 6.6 移液器或移液管。
- 6.7 容量瓶。
- 6.8 具盖离心管。

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 样品制备

样品充分研磨混匀,根据实际需求,称取 10 mg~100 mg 于具盖离心管中,加入 10 mL 甲醇,密封并振荡 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取上清液作为样品溶液,供 GC-MS 分析。或根据实际需要,将上清液用甲醇稀释,稀释液作为样品溶液,供 GC-MS 分析。

7.1.2 仪器检测

7.1.2.1 气相色谱-质谱仪条件

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:DB-5 MS 石英玻璃毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他等效柱;
- b) 色谱柱温程:初始温度 60 °C,以 15 °C/min 速率升温至 300 °C,保持 15 min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 传输线温度:250 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 进样方式:分流进样,分流比为 20:1;
- g) 载气:高纯氦气;
- h) 柱流量(恒流):1.0 mL/min;
- i) 质量范围:40 u~500 u;
- j) 采集方式:全扫描(Scan);
- k) 溶剂延迟时间:3 min。

7.1.2.2 进样

分别吸取样品空白(甲醇)、样品溶液、标准溶液空白(甲醇)和定性用标准工作溶液,按 7.1.2.1 条件进样分析。或根据实际需求,再分别吸取标准溶液空白(甲醇)和定性质控标准工作溶液,按 7.1.2.1 条件进行分析。

7.2 定量分析

7.2.1 外标单点法

7.2.1.1 含量预分析

根据实际需求,称取 10 mg~100 mg 样品置于具盖离心管中,加入 10 mL 甲醇,密封并振荡 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取上清液作为样品溶液,供 GC 分析。或根据实际需要,将上清液用甲醇稀释,稀释液作为样品溶液,供 GC 分析。采用外标单点法定量用标准工作溶液作为定量参照。

按照公式(1)计算样品中目标物的预分析含量(质量分数)。

$$w = \frac{\rho_0 \times A \times V_1 \times (V_2 + V_3)}{A_0 \times V_2 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——样品中目标物的含量(质量分数);

ρ_0 ——外标单点法定量用标准工作溶液中目标物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A ——样品溶液中目标物的色谱峰面积值;

V_1 ——样品初次定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——从 V_1 中移取的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——将 V_2 稀释时加入甲醇的体积,单位为毫升(mL);

A_0 ——外标单点法定量用标准工作溶液中目标物的色谱峰面积值;

m ——样品的称量质量,单位为毫克(mg)。

7.2.1.2 准确定量

7.2.1.2.1 称量质量的计算

根据预分析中溴西泮含量测定结果,选择合适的定容体积、稀释倍数(样品提取操作参数参见附录 A 中表 A.2),并按照公式(2)计算出样品称量质量(m),使样品溶液中目标物的浓度在所用标准工作溶液浓度的(100±30)%范围内。

$$m = \frac{\rho_0 \times V \times D}{w} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——称量质量,单位为毫克(mg);

ρ_0 ——外标单点法定量用标准工作溶液中目标物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——初次定容体积,单位为毫升(mL);

D ——稀释倍数;

w ——样品中目标物的预分析含量(质量分数),%。

7.2.1.2.2 样品制备

根据 7.2.1.2.1 计算结果,平行称取样品 2 份于具盖离心管中(当需要对定量结果进行不确定度评定时,至少平行称取 6 份)。根据预分析含量结果,加入相应初次定容体积的甲醇,密封并振荡 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取上清液作为样品溶液,供 GC 分析;当样品溶液需要稀释时,按照稀释倍数进行稀释定容,稀释液作为样品溶液,供 GC 分析。

7.2.1.2.3 仪器检测

7.2.1.2.3.1 气相色谱仪条件

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:DB-5 石英玻璃毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他等效柱;
- b) 色谱柱温度:初始温度 150 °C,以 15 °C/min 速率升温至 280 °C,保持 15 min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 检测器温度:300 °C;
- e) 载气:高纯氮气;
- f) 进样方式:分流进样,分流比为 20 : 1;
- g) 柱流速(恒流):1 mL/min;
- h) 燃烧气:氢气;
- i) 燃烧气流速:仪器默认值;
- j) 助燃气:空气;
- k) 助燃气流速:仪器默认值。

7.2.1.2.3.2 进样

分别吸取样品空白(甲醇)、样品溶液、标准溶液空白(甲醇)和外标单点法定量用标准工作溶液,按 7.2.1.2.3.1 条件进样分析。当称取 2 份样品时,每份样品进样 2 针~3 针。

7.2.1.2.4 计算含量

按照公式(1)计算样品中溴西洋含量(质量分数)。

7.2.2 内标标准曲线法

7.2.2.1 标准工作曲线绘制

采用 5.1 中配制的内标法定量用标准工作溶液及标准溶液空白绘制成线性范围为 0.01 mg/mL~0.5 mg/mL 的溴西洋标准工作曲线。

7.2.2.2 样品制备

根据实际需求,平行称取样品 2 份各 20 mg~200 mg 于具盖离心管中,加入 10 mL 甲醇,密封并振荡 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min 后取上清液 250 μL 于自动进样小瓶中,加入 10 mg/mL SKF_{525A} 内标储备液 100 μL、甲醇 650 μL,振荡溶解均匀后作为样品溶液,供 GC 分析。

7.2.2.3 仪器检测

7.2.2.3.1 气相色谱仪条件

同 7.2.1.2.3.1。

7.2.2.3.2 进样

分别吸取样品空白(甲醇)、样品溶液适量,按 7.2.2.3.1 条件进样分析,每份样品平行进样 2 针~3 针。

7.2.2.4 计算含量

以内标标准曲线法定量用标准工作溶液中目标物与内标物的峰面积比的平均值为纵坐标、内标标准曲线法定量用标准工作溶液中目标物的浓度为横坐标进行线性回归,得到线性方程。根据样品溶液中目标物及内标物的峰面积值,按公式(3)计算出样品中目标物的含量(质量分数)。

$$w = \frac{(Y - a) \times V}{b \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w ——样品中目标物的含量(质量分数);

Y ——样品溶液中目标物与内标物的峰面积比的平均值;

a ——线性方程的截距;

V ——样品溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

b ——线性方程的斜率;

m ——样品的称量质量,单位为毫克(mg)。

8 结果评价与表述

8.1 定性结果评价

8.1.1 阳性结果评价:在相同条件下进行样品测定时,样品溶液中的目标物与浓度接近的定性用标准工作溶液中的目标物相比,色谱峰保留时间一致(相对误差在 $\pm 1\%$ 之内)、质谱特征离子一致,且各离子丰度比相对偏差不超过表1规定的范围,样品空白无干扰,则可判断样品中检出目标物。溴西洋质谱图、质谱特征离子及方法检出限参见附录B。

表1 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	$>50\%$	$>20\% \sim 50\%$	$>10\% \sim 20\%$	$\leq 10\%$
最大允许相对偏差	$\pm 10\%$	$\pm 15\%$	$\pm 20\%$	$\pm 50\%$

8.1.2 阴性结果评价:扣除背景后,10.0 mg/mL 样品溶液与定性质控标准工作溶液中目标物在同一保留时间未出现一致的特征离子,标准溶液空白无干扰,则可判断样品中未检出目标物。

8.2 定量结果评价

8.2.1 相对相差检验

平行称取2份样品时,测定数据按照公式(4)计算相对相差(RD)。

$$RD = \frac{|w_1 - w_2|}{\bar{w}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

RD ——相对相差;

w_1, w_2 ——两份样品平行定量测定的含量数值;

\bar{w} ——两份样品平行定量测定的含量平均值。

当 RD 小于或等于 10% 时,数据有效;当 RD 大于 10% 时,需要重新检验。

8.2.2 异常值检验

平行称取6份样品时,测定数据按照公式(5)进行 Grubbs 可疑值判别。

$$G_i = \frac{|w_i - w_0|}{s} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_i ——可疑值;

w_0 ——6 个(5 个)数据的平均值;

s ——6 个(5 个)数据的单次测定标准差;

G_i ——Grubbs 统计值。

当测定份数 $n=6$ 时, $G_{6(95)}=1.822$; 当测定份数 $n=5$ 时, $G_{5(95)}=1.672$ 。

G_i 小于 $G_{n(95)}$ 时, 数据有效; G_i 大于或等于 $G_{n(95)}$ 时, 应剔除该数据, 但只能剔除 1 个数据, 否则本次测定无效, 需要重新检验。

8.2.3 定量结果计算

8.2.3.1 平行称取 2 份样品时, 以 2 份样品含量测定的平均值作为含量结果。

8.2.3.2 平行称取 6 份样品时, 以 6 份(5 份)样品含量测定的平均值作为含量结果。

8.3 结果表述

8.3.1 阳性结果应表述为: 从样品中检出溴西洋成分。含量用百分数表示。

8.3.2 阴性结果应表述为: 从样品中未检出溴西洋成分。

8.4 测量不确定度的评定与表述

如需提供测量不确定度, 定量结果的不确定度评定和表述按 GB/T 27418 执行。

9 检出限

本方法溴西洋方法检出限为 0.05%。

附 录 A
(资料性附录)

内标法标准溶液和外标法样品提取操作参数

A.1 内标标准曲线法定量用标准工作溶液配制操作参数选择见表 A.1。

表 A.1 内标标准曲线法定量用标准工作溶液配制操作参数

浓度级别	1.0 mg/mL 溴西洋标准 溶液体积 μL	内标液体积 μL	甲醇 μL	内标标准曲线法定量用 标准工作溶液质量浓度 mg/mL
I	10	100	890	0.01
II	50	100	850	0.05
III	100	100	800	0.1
IV	200	100	700	0.2
V	500	100	400	0.5

A.2 外标单点法样品提取操作参数选择见表 A.2。

表 A.2 外标单点法样品提取操作参数

预分析含量	初次定容体积 mL	稀释倍数	标准溶液质量浓度 mg/mL
50%~100%	20	21	0.1
30%~50%	20	11	0.1
10%~30%	10	11	0.1
5%~10%	30	—	0.1
2%~5%	20	—	0.1
1%~2%	10	—	0.1
0.1%~1%	10	—	0.01

附录 B
(资料性附录)
溴西洋相关资料

B.1 溴西洋的色谱图及质谱图见图 B.1 和图 B.2。

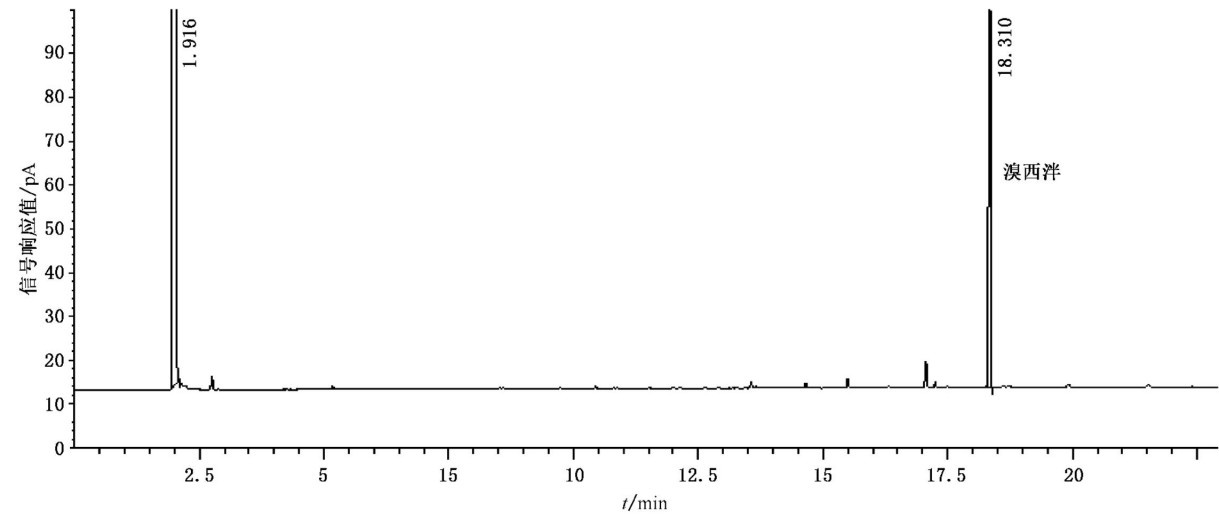


图 B.1 溴西洋气相色谱图

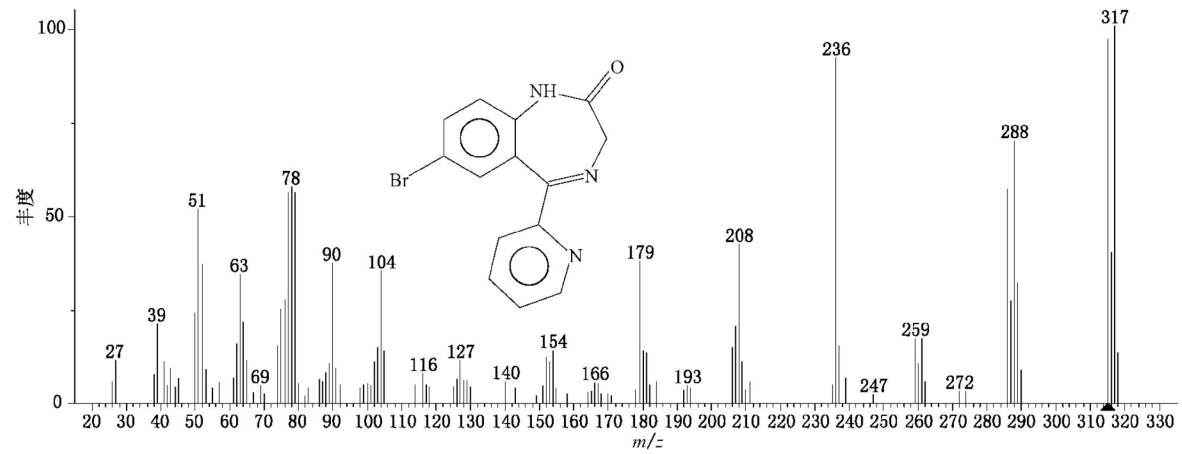


图 B.2 溴西洋质谱图

B.2 溴西洋质谱特征离子见表 B.1。

表 B.1 溴西洋质谱特征离子

名称	质谱特征离子 m/z
溴西洋	317 [*] 、236、288、78
注： [*] 表示基峰。	

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
疑似毒品中溴西洋检验
气相色谱和气相色谱-质谱法
GB/T 39874—2021

*

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.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2021年4月第一版

*

书号: 155066 · 1-67003

版权专有 侵权必究



GB/T 39874-2021



码上扫一扫 正版服务到