



中华人民共和国公共安全行业标准

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

Quantitative analysis method for ethanol, methanol,
n-propanol, aldehyde, acetone, isopropanol,
isobutanol, n-butanol and isoamylol, and
quantitative analysis method for ethanol, methanol
and n-propanol in blood and urine

1995-06-12 发布

1997-01-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

中华人民共和国公共安全行业标准

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

Quantitative analysis method for ethanol, methanol,
n-propanol, aldehyde, acetone, isopropanol, isobutanol,
n-butanol and isoamylol, and quantitative analysis
method for ethanol, methanol and n-propanol
in blood and urine

GA/T 105—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了血、尿中乙醇、甲醇、正丙醇、乙醛、丙酮、异丙醇、异丁醇、正丁醇、异戊醇的检验方法。

本标准适用于低级醇类、醇性饮料中毒或中毒死亡者的血液和尿液中乙醇、甲醇、正丙醇、乙醛、丙酮、异丙醇、异丁醇、正丁醇、异戊醇的定性分析及乙醇、甲醇、正丙醇的定量分析。

2 引用标准

GA/T 122—1995 毒物分析名词术语

3 定义

本标准采用 GA/T 122—1995 中定义。

第一篇 顶空气相色谱法

4 原理

本法利用醇类的易挥发性,以叔丁醇为内标,用顶空气相色谱火焰离子化检测器进行检测;经与平行操作的醇类标准品比较,以保留时间或相对保留时间定性;用内标法以醇类对内标物的峰面积比进行定量。

5 试剂

- 5.1 乙醛(1 mg/mL)
- 5.2 丙酮(1 mg/mL)
- 5.3 异丙醇(1 mg/mL)
- 5.4 异丁醇(1 mg/mL)
- 5.5 异戊醇(1 mg/mL)
- 5.6 正丁醇(1 mg/mL)

5.7 硫酸铵

5.8 乙醇标准溶液:准确吸取乙醇 1.26 mL(比重 0.7893)于 100 mL 容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得每毫升含 10 mg 乙醇的储备液,置 4℃冰箱中保存(一年)。将储备液用重蒸馏水稀释 10 倍,得 1 mg/mL 的乙醇标准使用液。

5.9 甲醇标准溶液:准确吸取甲醇 1.26 mL(比重 0.7913)于 100 mL 容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得每毫升含 10 mg 甲醇的储备液,置 4℃冰箱中保存(一年)。将储备液用重蒸馏水稀释 10 倍,得 1 mg/mL 的甲醇标准使用液。

5.10 正丙醇标准溶液:准确吸取正丙醇 1.24 mL(比重 0.8037)于 100 mL 容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得每毫升含 10 mg 正丙醇的储备液,置 4℃冰箱中保存(一年)。吸取储备液用重蒸馏水稀释 10 倍,得 1 mg/mL 的正丙醇标准使用液。

5.11 内标物标准溶液:准确吸取叔丁醇 1.27 mL(比重 0.7887)于 500 mL 容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得 2 mg/mL 叔丁醇标准液,置 4℃冰箱保存一年。

6 仪器

6.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器和色谱数据处理机

6.2 样品瓶(7 mL 青霉素瓶)

6.3 硅橡胶垫

6.4 聚四氟乙烯薄膜

6.5 铝帽

6.6 密封钳

6.7 注射器(1 mL)

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 样品制备

取待测全血(或尿液)1 mL 加入样品瓶内,加 100 μ L(2 mg/mL)叔丁醇内标液,约 1 克硫酸铵,瓶口覆盖聚四氟乙烯薄膜,硅橡胶垫,用密封钳加封铝帽,混匀,置 60℃水浴中加热 15~20 min。

同时取空白全血(或尿液)两份,其中一份添加内标溶液 100 μ L 和乙醇标准使用液 20 μ L(20 μ g),按上述程序平行操作以进行空白对照和已知对照分析。

7.1.2 检测

7.1.2.1 色谱条件

色谱柱:(1)5%CARBOWAX 20M Carbopack(80~120 目)2 mm \times 2 m 玻璃柱

(2)Porapak S(80~100 目)2 mm \times 2 m 玻璃柱

柱温:柱(1)程序升温:始温 70℃,速率 5℃/min,终点 170℃(5min)

柱(2)程序升温:始温 100℃,速率 15℃/min,终点 200℃(10 min)

检测器:火焰离子化检测器(FID)

检测器温:230℃

汽化室温:210℃

载气(N₂):流速 20~35 mL/min

燃气(H₂)和空气:流速根据仪器条件选定

7.1.2.2 进样

用 1 mL 注射器分别吸取检材、空白对照和已知对照瓶内液面上的气体约 0.5 mL,注入气相色谱仪中,每个试样进样 2~3 次,并注入醇类标准溶液。

7.1.3 记录与计算

分别记录各试样中内标物,醇类标准品和可疑醇峰的保留时间,填入GC定性分析结果表中,计算它们的保留时间平均值,并以内标物的保留时间为1,计算醇的相对保留时间值。

7.2 定量分析

7.2.1 样品制备

精确吸取待测全血(或尿液)0.5 mL两份,分别加入样品瓶内,加100 μ L (2 mg/mL)叔丁醇内标液,按7.1.1密封瓶口后,混匀,置60℃水浴中加热15~20 min。

另取空白全血(或尿液)两份,根据检材中醇含量的多少,添加乙醇(或甲醇,正丙醇)标准使用液20 μ g~2 mg,内标液100 μ L(200 μ g)按上述方法平行操作。

7.2.2 检测

按7.1.2项中所述操作进行。

7.2.3 记录与计算

7.2.3.1 记录检材及空白添加标准品中乙醇(或甲醇,正丙醇)及内标物峰面积值,填入GC定量分析记录表中,并算出各检材中乙醇(或甲醇,正丙醇)及内标物的平均峰面积。

7.2.3.2 计算相对校正因子

$$f = \frac{\text{空白检材中醇添加量} \times \text{内标物峰面积平均值}}{\text{空白检材中内标添加量} \times \text{醇峰面积平均值}}$$

7.2.3.3 计算检材中醇含量 W (mg/100 mL)

$$W = \frac{f \times \text{检材中的醇峰面积平均值} \times \text{内标添加量}(\mu\text{g}) \times 100}{\text{检材中内标物峰面积平均值} \times \text{检材量} \times 1000}$$

7.2.3.4 计算相对相差

$$\text{相对相差}(\%) = \frac{|W_1 - W_2|}{W} \times 100$$

式中: W_1, W_2 为两份检材平行定量测定的结果, W 为两份检材平均值。

8 结果评价

8.1 定性结果评价

8.1.1 本法血、尿中乙醇、甲醇的最低检出限为1 μ g/mL,正丙醇的最低检出限为10 μ g/mL。如果添加于空白检材中20 μ g乙醇出现相应的色谱峰,而检材未出现相应的醇类色谱峰,可以认为检材中不含醇类,阴性结果可靠。如果添加于空白检材中20 μ g乙醇未出现相应的色谱峰,而检材未出现醇类色谱峰,属操作有误,阴性结果不可靠,应重新检验。

8.1.2 如果空白检材未出现醇类色谱峰,而检材有醇类色谱峰时,说明空白无干扰,阳性结果可靠,经选择不同的色谱条件,结果一致时,一般可以认定检材中含有某种醇类物质。必要时,用GC/MS确证。

8.2 定量分析结果评价

两份检材的相对差若不超过15%时,结果按两份检材含量的平均值计算,相对相差若超过15%,需重新进行测定。

第二篇 直接进样气相色谱法

9 原理

本法利用蛋白沉淀剂,使蛋白凝固,经离心后取含醇类化合物的上清液用气相色谱火焰离子化检测

器进行检测,与平行操作的醇类标准品比较,以保留时间或相对保留时间定性,用内标法以醇类对内标物的峰面积比进行定量。

10 试剂

10.1~10.7 同 5.1~5.6。

10.7~10.10 同 5.8~5.11。

10.11 6%高氯酸:吸取 6 mL 高氯酸于 100 mL 容量瓶中,添加蒸馏水至刻度。

11 仪器

11.1 同 6.1。

11.2 漩涡振荡器

11.3 离心机(4 000 r/min)

11.4 尖底具塞离心管(5 mL)

11.5 微量进样器(10 μ L)

12 操作方法

12.1 定性分析

12.1.1 样品制备

取待测全血(或尿液)0.5 mL 于离心管内,加 50 μ L(2 mg/mL)叔丁醇内标液,血样加 0.5 mL 6%高氯酸,用漩涡振荡器混匀,以 3 000 r/min 速度离心 5 min。

同时取空白全血(或尿液)两份,其中一份添加内标溶液 50 μ L 和乙醇标准使用液 20 μ L(20 μ g),按上述程序平行操作以进行空白对照和已知对照分析。

12.1.2 检测

12.1.2.1 色谱条件

同 7.1.2.1。

12.1.2.2 进样

用 10 μ L 微量进样器分别吸取检材,空白对照和已知对照离心管内上清液 1 μ L 注入气相色谱仪中,每个试样进样三次,并注入醇类标准溶液。

12.1.3 记录与计算

同 7.1.3。

12.2 定量分析

12.2.1 样品制备

精确吸取待测全血(或尿液)0.5 mL 两份,分别加入离心管内,加 50 μ L 叔丁醇内标液,按 12.1.1 沉淀蛋白,离心。

另取空白全血(或尿液)两份,根据检材中醇含量的多少,添加乙醇(或甲醇,正丙醇)标准使用液 20 μ g~2 mg,内标液 50 μ L(100 μ g)按上述方法平行操作。

12.2.2 检测

按 12.1.2 项中所述操作进行。

12.2.3 记录与计算

同 7.2.3。

13 结果评价

13.1 本法血,尿中乙醇,甲醇,正丙醇的最低检出限为 10 μ g/mL。如果添加于 0.5 mL 空白检材中

20 μg 乙醇出现相应的色谱峰,而检材未出现相应的醇类色谱峰,可以认为检材中不含醇类,阴性结果可靠。如果添加于空白检材中20 μg 乙醇未出现相应的色谱峰,而检材未出现醇类色谱峰,属操作有误,阴性结果不可靠,应重新检验。

13.2 同 8.1.2。

13.3 定量分析结果评价

同 8.2。

附录 A
醇类分离色谱图及有关数据
(参考件)

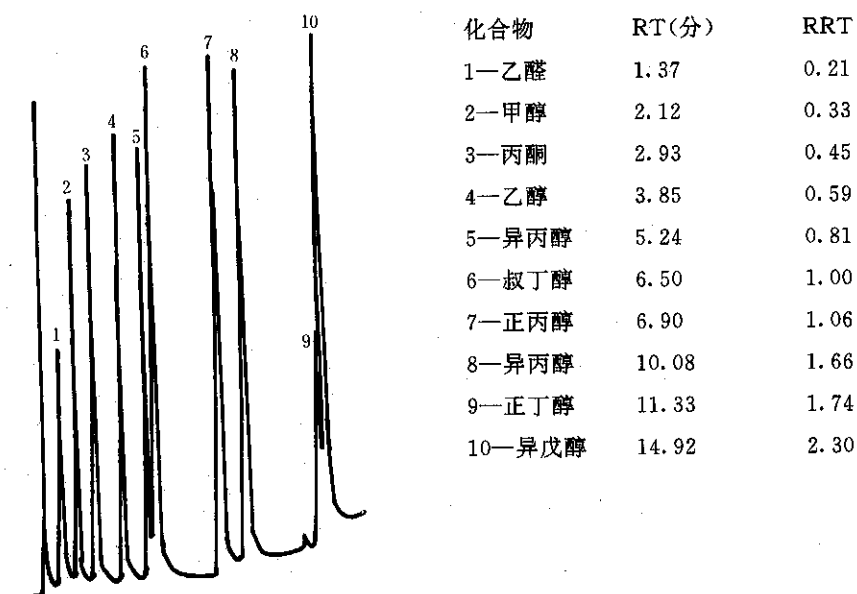


图 A1 醇类色谱图及有关数据(柱 1)

实验条件:5%CARBOWAX 20M Carboxpack(80~120 目)2 mm X 2 m 玻璃柱。柱温:始温 70℃,速度 5℃/min,终点 170℃(5 min)。检测器(FID)温度 230℃,气化室温度 210℃。

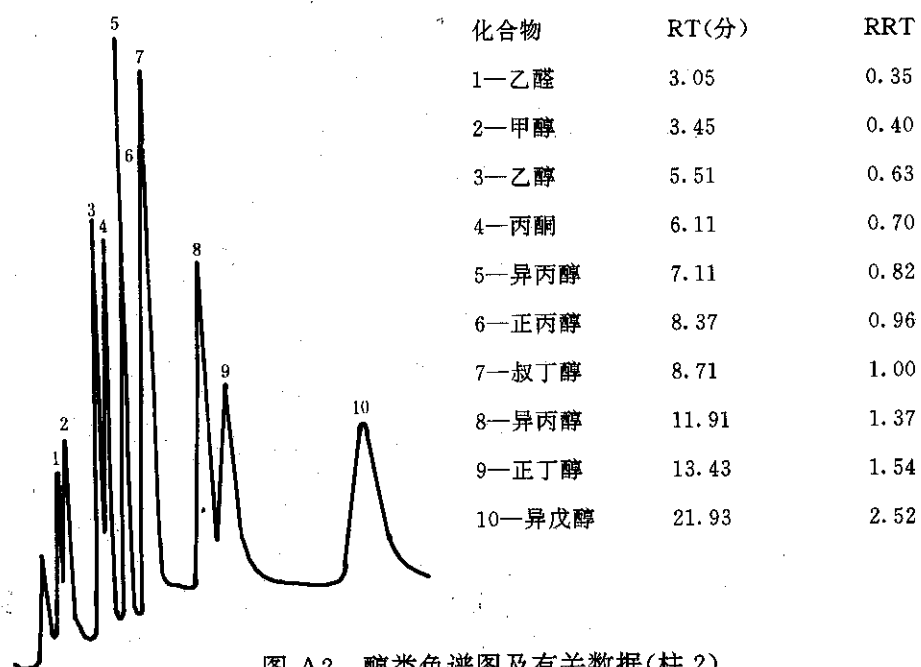


图 A2 醇类色谱图及有关数据(柱 2)

实验条件:Porapak S(80~100 目),2 mm X 2 m 玻璃柱。柱温:始温 100℃,速度 15℃/min,终点 200℃(10 min)。检测器(FID)温度 230℃,气化室温度 210℃。

附录 B
乙醇中毒诊断参考资料
(参考件)

B1 中毒症状

乙醇对中枢神经的抑制作用由浅入深,可出现一系列的精神与神经系统症状,急性中毒的醉酒状态和血液乙醇含量有关。中毒的临床表现可分为三期。

B1.1 兴奋期:(血中浓度 0.1%~0.15%)中毒者有舒适感,多言,失常态,自制力部分丧失,易感情冲动。

B1.2 共济失调期:(血中浓度 0.15%~0.39%)言语、行动失调,呕吐,呈典型的醉汉状态。

B1.3 昏睡期:(血中浓度 0.3%~0.5%)知觉丧失,脸色苍白,皮肤湿冷,体温下降,因呼吸麻痹而死亡。

B2 尸检所见

急性中毒致死,尸表无特殊病理变化,揭开胃腔有浓郁的乙醇气外逸。胃壁粘膜充血,出血,脑组织及各脏器均有不同程度的充血现象,个别有急性胰腺出血病灶。慢性中毒死者,检见明显胃肠炎症。肝脏脂肪浸润,甚至肝硬化。脑组织及脑粘膜水肿,硬脑膜增厚。

B3 中毒,致死量及致死血浓

B3.1 口服乙醇的中毒剂量为 75~80 g,致死剂量为人 250~500 g,由于饮酒有习惯性,每个人的耐受性不同,故个体差异较大。

B3.2 中毒死亡血液乙醇浓度:400~500 mg/100 mL(0.4%~0.5%)。

B4 乙醇中毒的法医学判断**B4.1 血、尿中乙醇的时间-浓度曲线**

中国人饮酒后,最大血液乙醇浓度(BAC_{max})出现在酒后 60~90 min,最大尿液乙醇浓度(UAC_{max})出现在酒后 90~150 min。吸收期内(高峰前) BAC 高于 UAC , UAC/BAC 小于 1,消除期内(高峰后) UAC 高于 BAC , UAC/BAC 为 1.24 ± 0.21 。根据测定的 UAC/BAC ,可推测死亡发生于酒后的时间。

B4.2 乙醇代谢速率

血液为 12.39 ± 2.19 mg/100 mL.hr,尿液为 14.29 ± 3.30 mg/100 mL.hr,根据消除速率及 BAC , UAC 测定值可推测消除期某一时刻(案发时)的可能 BAC , UAC 范围。

B4.3 生前饮酒和死后生成乙醇的判断

要判断生前饮酒还是死后生成以及确定乙醇的生前浓度,需同时测定血、尿乙醇和正丙醇含量。

a. 死后生成乙醇的同时,平行地产生正丙醇,因此血、尿检出乙醇而未检出正丙醇,可推定为生前饮酒。

b. 死后生成者一般血液乙醇浓度高于尿乙醇浓度(消除期),因此,血液检出乙醇而尿未检出者,可推定非生前饮酒。

c. 同时检出乙醇,正丙醇者,乙醇量需高于正丙醇 20 倍以上,才能推定为生前饮酒。

B4.4 血、尿样品中乙醇的浓度变化

a. 尸体或样品置低温保存,特别是尿液低温保存, UAC 近于尸体生前的真实状况。

b. 在测定 BAC 、 UAC 的同时,也测定正丙醇含量,由于死后生成乙醇量一般为正丙醇 20 倍内,

将检出乙醇浓度减去 20 倍正丙醇浓度,可得到生前乙醇浓度的下限。

附 录 C
甲醇中毒诊断参考资料
(参考件)

C1 中毒症状

甲醇主要作用于神经系统,对视神经的伤害尤为严重,中毒症状为:剧烈头痛、头晕、恶心、呕吐、深度中毒出现共济失调,视觉障碍、视神经萎缩,以致双目失明,抢救不及时,可出现呼吸困难,昏迷,死于呼吸中枢麻痹。

C2 尸检所见

尸表皮肤青紫色,揭开胃腔,急性中毒致死者醇性气体外逸,各脏器充血,脑组织尤为明显,肺脏有较严重的水肿。

C3 致死量及致死浓度

C3.1 口服致死量:30~60 mL。

C3.2 中毒死亡血液甲醇浓度 74~110 mg/100 mL。

中毒死亡尿液甲醇浓度量 40~240 mg/mL。

附加说明:

本标准由司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析技术委员会归口。

本标准由司法部司法鉴定科学技术研究所法化室负责起草。

本标准主要起草人沈敏、张介克、孙亚娟、沈保华。

中华人民共和国公共安全
行 业 标 准
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
GA/T 105—1995

*

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:68522112

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
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 16 千字
1996年10月第一版 1996年10月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·2-11025 定价 6.00 元

*

标 目 296—72