

GA

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 $^{\circ}$ C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 000r/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

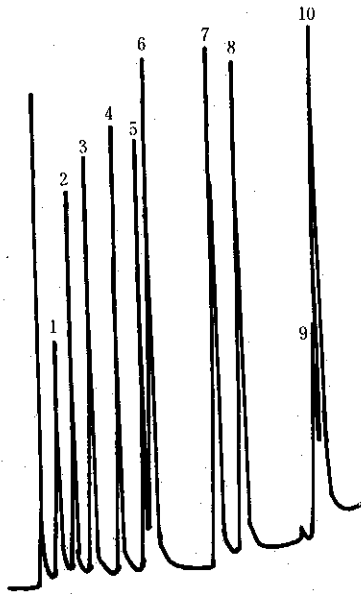
20 μg 乙醇出现相应的色谱峰,而检材未出现相应的醇类色谱峰,可以认为检材中不含醇类,阴性结果可靠。如果添加于空白检材中20 μg 乙醇未出现相应的色谱峰,而检材未出现醇类色谱峰,属操作有误,阴性结果不可靠,应重新检验。

13.2 同 8.1.2。

13.3 定量分析结果评价

同 8.2。

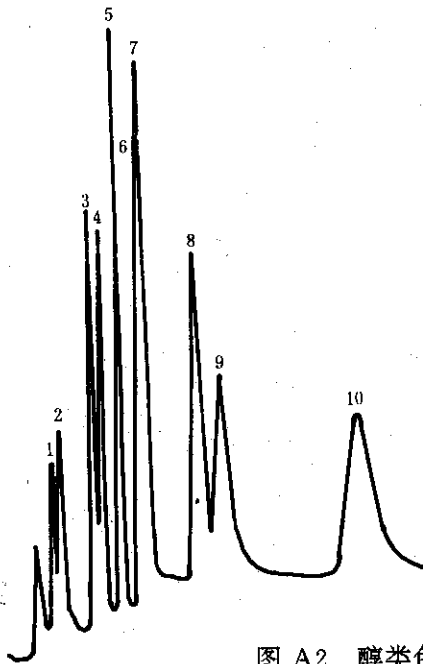
附录 A
醇类分离色谱图及有关数据
(参考件)



化合物	RT(分)	RRT
1—乙醛	1.37	0.21
2—甲醇	2.12	0.33
3—丙酮	2.93	0.45
4—乙醇	3.85	0.59
5—异丙醇	5.24	0.81
6—叔丁醇	6.50	1.00
7—正丙醇	6.90	1.06
8—异丙醇	10.08	1.66
9—正丁醇	11.33	1.74
10—异戊醇	14.92	2.30

图 A1 醇类色谱图及有关数据(柱 1)

实验条件:5%CARBOWAX 20M Carbowax(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℃。



化合物	RT(分)	RRT
1—乙醛	3.05	0.35
2—甲醇	3.45	0.40
3—乙醇	5.51	0.63
4—丙酮	6.11	0.70
5—异丙醇	7.11	0.82
6—正丙醇	8.37	0.96
7—叔丁醇	8.71	1.00
8—异丙醇	11.91	1.37
9—正丁醇	13.43	1.54
10—异戊醇	21.93	2.52

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,致死量及致死血液

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,可推定非生前饮用酒。

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