

SF

中华人民共和国司法行政行业标准

SF/T 0177—2024
代替 SF/Z JD0107014—2015

血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法

Detection of 108 poisons (drugs) in blood and urine by gas chromatography-mass spectrometry

2024 - 12 - 30 发布

2025 - 06 - 01 实施

中华人民共和国司法部 发布

目 次

前言	II
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、仪器和设备	1
6 定性分析	2
7 分析结果评价	3
附录 A（资料性） 108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限....	4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

- a) 本文件代替 SF/Z JD0107014—2015《血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法》，与 SF/Z JD0107014—2015 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：
- b) 增加了“质控样品”（见 6.1.3 和 7.1）
- c) 将“吠喃丹”的中文名称更改为“克百威”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- d) 将“扑尔敏”的中文名称更改为“氯苯那敏”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- e) 将“安眠酮”的中文名称更改为“甲喹酮”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- f) 将“溴虫腈”的中文名称更改为“虫螨腈”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- g) 将“安定”的中文名称更改为“地西洋”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- h) 将“咳必清”的中文名称更改为“喷托维林”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- i) 将“硝甲西洋”的中文名称更改为“尼美西洋”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- j) 将“利眠宁”的中文名称更改为“氯氮卓”（见附录 A，SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- k) 删除了“杀虫双（单）”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）
- l) 删除了“溴敌隆”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- m) 删除了“西洛西宾”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- n) 删除了“乙基对硫磷”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- o) 删除了“苯妥因钠”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- p) 删除了“海洛因”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- q) 删除了“杀灭菊酯”（见 SF/Z JD0107014—2015 的附录 A）；
- r) 增加了“沙蚕毒素”（见附录 A）；
- s) 增加了“司来吉兰”（见附录 A）；
- t) 增加了“哌醋甲酯”（见附录 A）；
- u) 增加了“莠去津”（见附录 A）；
- v) 增加了“西布曲明”（见附录 A）；
- w) 增加了“罗哌卡因”（见附录 A）；
- x) 增加了“丙泊酚”（见附录 A）；
- y) 增加了目标物的“CAS 号”（见附录 A）。

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专利的责任。

本文件由司法鉴定科学研究院提出。

本文件由司法部信息中心归口。

本文件起草单位：司法鉴定科学研究院、北京市公安司法鉴定中心、重庆市公安局物证鉴定中心。

本文件主要起草人：刘伟、严慧、陈航、乔静、张文芳、张瑛、石银涛、段杰、向平、卓先义、沈保华、王鑫、吴何坚。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2015 年首次发布为 SF/Z JD0107014—2015；

——本次为第一次修订。

血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法

1 范围

本文件描述了血液和尿液中108种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法，包括原理，试剂、仪器和设备，定性分析以及分析结果评价。

本文件适用于血液和尿液中108种毒（药）物的定性分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

检材样品在酸性、碱性条件下经乙醚液液提取后，采用气相色谱-质谱仪进行检测，经与平行操作的空白样品和添加样品作对照，以保留时间、质谱特征离子峰和离子丰度比进行定性分析。

5 试剂、仪器和设备

5.1 试剂

试验用水应为符合GB/T 6682规定的一级水。所用试剂及要求如下。

- a) 甲醇：色谱纯。
- b) 乙醚：分析纯。
- c) 盐酸：用水配制成 1 mol/L 盐酸溶液。
- d) 氢氧化钠：用水配制成 10%氢氧化钠溶液。
- e) 标准物质溶液：
 - 1) 标准物质储备溶液：分别精密称取 108 种毒（药）物标准物质适量，用甲醇配制成 1.0 mg/mL 的标准物质储备溶液；佐匹克隆用乙腈配制成 1.0 mg/mL 的标准物质储备溶液。密封，置于冰箱中冷冻保存，有效期 12 个月，或采用市售标准溶液；
 - 2) 标准物质工作溶液：试验中所用其他浓度的标准物质工作溶液均由符合 5.1 e) 1) 的标准物质储备溶液用甲醇稀释得到。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期 3 个月；
 - 3) 质控标准工作溶液：100 μg/mL 的金刚烷胺和卡马西平质控标准工作溶液由符合 5.1 e) 1) 的标准物质储备溶液用甲醇稀释得到。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期 3 个月。

注：根据实际情况适当调整质控标准工作溶液中化合物的种类。

- f) 内标溶液：
 - 1) 内标储备溶液：分别精密称取普罗地芬（SKF_{525A}）和烯丙异丙巴比妥（或其他合适内标物）标准物质适量，用甲醇配制成 1.0 mg/mL 的内标储备溶液。密封，置于冰箱中冷冻保存，有效期 12 个月，或采用市售标准溶液；
 - 2) 内标工作溶液：100 μg/mL 的内标工作溶液由符合 5.1 f) 1) 的内标储备溶液用甲醇稀释得到。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期 3 个月。

5.2 仪器和设备

仪器和设备及要求如下。

- a) 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击源（EI）。
- b) 电子天平：分度值 ≤ 0.1 mg。
- c) 旋涡混合器。
- d) 离心机。
- e) 恒温水浴锅。
- f) 移液器。

6 定性分析

6.1 样品前处理

6.1.1 检材样品

取血液（或尿液）1 mL，加入内标工作溶液10 μ L，加入1 mol/L盐酸溶液使呈酸性（pH3~pH4），再加入乙醚3 mL，涡旋混匀，2500 r/min离心3 min，转移乙醚层。检材样品中再加入10%氢氧化钠溶液，使检材呈碱性（pH11~pH12），加入乙醚3 mL，涡旋混匀，2500 r/min离心3 min，转移乙醚层，合并两次的乙醚提取液，于约60 $^{\circ}$ C水浴中挥发至近干，残留物用甲醇50 μ L复溶，供气相色谱-质谱仪分析。

6.1.2 空白样品

取空白血液（或尿液）1 mL作为空白样品，按6.1.1的方法，与检材样品平行操作。

6.1.3 质控样品

取空白血液（或尿液）1 mL，添加质控标准工作溶液10 μ L，配制成1.0 μ g/mL的质控样品，然后按6.1.1的方法，与检材样品平行操作。

6.1.4 添加样品

若检材样品中出现可疑目标物，取空白血液（或尿液）1 mL，添加检材样品中出现的可疑目标物的标准物质工作溶液，配制成与检材样品浓度相近的添加样品，然后按6.1.1的方法，与检材样品平行操作。

6.2 仪器检测

6.2.1 气相色谱-质谱条件

以下为参考条件，可根据不同品牌仪器等实际情况进行调整。

- a) 色谱柱：DB-5MS 石英玻璃毛细柱（5%苯基+95%聚二甲基硅氧烷，30 m \times 0.25 mm，0.25 μ m）或其他等效柱。
- b) 柱温：100 $^{\circ}$ C保持1.5 min，以25 $^{\circ}$ C/min程序升温至280 $^{\circ}$ C保持15 min。
- c) 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- d) 流速：1 mL/min。
- e) 溶剂延迟：3 min。
- f) 进样量：1 μ L。
- g) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C。
- h) EI源电压：70 eV。
- i) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C。
- j) 四极杆温度：150 $^{\circ}$ C。
- k) 接口温度：280 $^{\circ}$ C。
- l) 采用全扫描模式，扫描范围（ m/z ）50~500。

108种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限见附录A。

6.2.2 进样

分别吸取空白样品提取液、检材样品提取液、质控样品提取液和添加样品提取液，按6.2.1的条件进样分析。

6.3 记录

记录空白样品、检材样品、质控样品和添加样品中目标物可疑色谱峰的保留时间、质谱特征离子和离子丰度比。

6.4 定性判断依据

以保留时间、质谱特征离子峰和离子丰度比作为定性判断依据。

在相同的试验条件下，检材样品中出现的目标物色谱峰保留时间与添加样品的色谱峰保留时间相比较，相对误差在 $\pm 2\%$ 内，且目标物的质谱特征离子峰均出现，所选择的特征离子丰度比与添加样品的特征离子丰度比之相对误差不超过表1规定的范围，则可判断检材样品中检出该种目标物。

表1 特征离子丰度比的最大允许相对误差

特征离子丰度比	>50%	>20%~50%	>10%~20%	$\leq 10\%$
允许的相对误差	$\pm 10\%$	$\pm 15\%$	$\pm 20\%$	$\pm 50\%$

7 分析结果评价

7.1 阴性结果评价

阴性结果评价包括：

- a) 若检材样品中仅检出内标物，未检出目标物，且质控样品中检出添加物，则阴性结果可靠；
- b) 若检材样品中未检出内标物，或质控样品中未检出添加物，则阴性结果不可靠，应按第6章的规定重新检验。

7.2 阳性结果评价

阳性结果评价包括：

- a) 若检材样品中检出目标物，且空白样品无干扰，则阳性结果可靠；
- b) 若检材样品中检出目标物，空白样品亦呈阳性，则阳性结果不可靠，应按第6章的规定重新检验。

附录 A

(资料性)

108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限

108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限见表 A.1。

表 A.1 108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限

序号	中文名称	CAS 号	英文名称	保留时间 min	质谱特征离子 <i>m/z</i>	检出限 μg/mL	
						血液	尿液
1	灭多威	16752-77-5	Methomyl	3.2	105、58、88	0.2	0.1
2	苯丙胺	300-62-9	Amphetamine	3.5	44、91、120	0.2	0.2
3	丙戊酸	99-66-1	Valproic Acid	3.7	73、102、115	0.5	0.5
4	沙蚕毒素	1631-58-9	Nereistoxin	3.7	70、149、103	0.5	0.3
5	甲基苯丙胺	537-46-2	Methamphetamine	4.2	58、91、134	0.05	0.02
6	残杀威	114-26-1	Propoxur	4.4	110、152、81	0.3	0.2
7	金刚烷胺	768-94-5	Amantadine	4.6	94、151、108	0.1	0.1
8	甲胺磷	10265-92-6	Methamidophos	5.1	94、141、64	0.1	-
9	敌敌畏	62-73-7	Dichlorvos	5.2	109、185、79	0.5	0.2
10	丙泊酚	2078-54-8	Propofol	5.2	163、178、117	0.05	0.02
11	司来吉兰	14611-51-9	Selegiline	5.6	42、56、96	0.5	0.5
12	尼古丁	54-11-5	Nicotine	5.6	84、133、162	0.1	0.05
13	去甲伪麻黄碱	492-39-7	Norpseudoephedrine	5.9	44、77、105	0.1	0.05
14	异烟肼	54-85-3	Isoniazid	5.9	106、78、137	0.2	0.2
15	3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺	42542-10-9	MDMA	6.0	58、135、77	0.5	0.2
16	麻黄碱	299-42-3	Ephedrine	6.2	58、77、105	0.1	0.1
17	甲基麻黄碱	552-79-4	Methylephedrine	6.3	72、77、105	0.1	0.05
18	尼可刹米	59-26-7	Nikethamide	6.3	106、78、177	0.1	0.1
19	3,4-亚甲二氧基苯丙胺	4764-17-4	MDA	6.4	44、136、77	0.1	0.05
20	乙酰甲胺磷	30560-19-1	Acephate	6.4	136、94、142	0.1	-
21	托吡酯	97240-79-4	Topiramate	6.5	324、110、127	0.5	-
22	氧乐果	1113-02-6	Omethoate	6.6	156、110、79	0.2	-
23	布洛芬	15687-27-1	Ibuprofen	6.7	161、119、206	0.1	0.05
24	治螟磷	3689-24-5	Sulfotep	6.9	322、97、202	0.2	-
25	巴比妥	57-44-3	Barbital	6.9	156、141、98	5	2
26	异戊巴比妥	57-43-2	Amobarbital	6.9	156、141、197	5	2
27	非那西汀	62-44-2	Phenacetin	7.0	108、179、137	0.2	0.1
28	对乙酰氨基酚	103-90-2	Paracetamol	7.1	109、151、80	0.5	0.2
29	哌醋甲酯	113-45-1	Methylphenidate	7.1	84、91、115	0.5	0.5
30	毒鼠强	80-12-6	Tetramine	7.2	212、240、132	0.02	0.01
31	乐果	60-51-5	Dimethoate	7.2	87、93、125	0.5	0.2
32	莠去津	1912-24-9	Atrazine	7.3	173、200、215	0.5	-
33	哌替啶	57-42-1	Pethidine	7.4	71、172、247	0.05	0.02
34	克百威	1563-66-2	Carbofuran	7.4	164、149、122	0.5	0.2
35	特丁硫磷	13071-79-9	Terbufos	7.4	57、231、153	0.3	-

表 A.1 108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限（续）

序号	中文名称	CAS 号	英文名称	保留时间 min	质谱特征离子 <i>m/z</i>	检出限 μg/mL	
						血液	尿液
36	咖啡因	58-08-2	Caffeine	7.5	194、109、67	0.1	0.1
37	久效磷	6923-22-4	Monocrotophos	7.5	127、192、109	0.3	—
38	司可巴比妥	76-73-3	Secobarbital	7.5	168、97、195	5	2
39	可铁宁	486-56-6	Cotinine	7.6	98、176、118	0.1	0.05
40	硫喷妥	76-75-5	Thiopental	7.6	157、172、129	1	1
41	西布曲明	106650-56-0	Sibutramine	7.6	114、72、128	0.1	0.1
42	苯海拉明	58-73-1	Diphenhydramine	7.9	58、165、152	0.2	0.2
43	氨基比林	58-15-1	Aminophenazone	7.9	56、97、231	0.1	0.1
44	氯胺酮	6740-88-1	Ketamine	7.9	180、209、152	0.05	0.02
45	利多卡因	137-58-6	Lidocaine	8.0	86、58、120	0.05	0.02
46	苯巴比妥	50-06-6	Phenobarbital	8.0	204、117、103	1	1
47	毒死蜱	2921-88-2	Chlorpyrifos	8.1	197、314、97	0.2	—
48	福美双	137-26-8	Thiram	8.2	88、120、240	0.2	0.2
49	异丙安替比林	479-92-5	Propyphenazone	8.2	215、230、122	0.1	0.05
50	曲马多	27203-92-5	Tramadol	8.4	58、263、135	0.01	0.01
51	氯苯那敏	132-22-9	Chlorpheniramine	8.5	203、58、167	0.01	0.01
52	安替比林	60-80-0	Antipyrine	8.5	188、96、105	0.1	0.05
53	对硫磷	56-38-2	Parathion	8.5	291、109、139	0.5	—
54	甲基对硫磷	298-00-0	Parathion-Methyl	8.5	125、109、263	0.2	—
55	文拉法辛	93413-69-5	Venlafaxine	8.7	58、134、179	0.1	0.1
56	喹硫磷	13593-03-8	Quinalphos	8.7	146、157、298	0.2	—
57	美托洛尔	51384-51-1	Metoprolol	8.7	72、223、107	0.1	0.1
58	马拉硫磷	121-75-5	Malathion	8.8	125、173、93	0.2	0.2
59	美沙酮	76-99-3	Methadone	8.9	72、165、178	0.02	0.02
60	阿米替林	50-48-6	Amitriptyline	9.1	58、202、215	0.05	0.02
61	丙米嗪	50-49-7	Imipramine	9.1	58、234、193	0.1	0.05
62	甲喹酮	72-44-6	Methaqualone	9.1	235、250、132	0.1	0.05
63	多塞平	1668-19-5	Doxepin	9.1	58、165、178	0.1	0.1
64	右美沙芬	125-71-3	Dextromethorphan	9.1	271、150、214	0.2	0.1
65	氯美扎酮	80-77-3	Chlormezanone	9.2	152、98、174	0.5	0.5
66	氟卡尼	54143-55-4	Flecainide	9.2	84、97、301	0.2	—
67	阿托品	51-55-8	Atropine	9.2	124、140、289	0.1	0.1
68	虫螨腈	122453-73-0	Chlorfenapyr	9.2	59、247、408	0.5	—
69	罗哌卡因	84057-95-4	Ropivacaine	9.4	126、84、56	0.5	0.5
70	三唑磷	24017-47-8	Triazophos	9.5	161、97、172	0.5	—
71	苯妥因	57-41-0	Phenytoin	9.8	180、104、223	0.5	0.3
72	胺菊酯	7696-12-0	Tetramethrin	9.9	164、123、107	0.3	0.2
73	卡马西平	298-46-4	Carbamazepine	9.9	193、236、165	0.2	0.1
74	喷托维林	77-23-6	Pentoxyverine	10.0	86、91、144	0.1	0.1
75	地西洋	439-14-5	Diazepam	10.1	256、283、221	0.05	0.05
76	东莨菪碱	51-34-3	Scopolamine	10.2	94、138、108	0.2	0.1
77	大麻二酚	13956-29-1	CBD	10.3	231、246、174	0.3	0.2
78	地芬尼多	972-02-1	Difenidol	10.3	98、105、127	0.1	0.1
79	异丙嗪	60-87-7	Promethazine	10.3	72、180、284	0.1	0.05
80	氯丙嗪	50-53-3	Chlorpromazine	10.4	58、86、318	0.02	0.02
81	可待因	76-57-3	Codeine	10.7	299、162、229	0.5	0.2
82	Δ ⁹ -四氢大麻酚	1972-08-3	Δ ⁹ -Tetrahydrocannabinol	10.8	299、314、231	0.1	0.05

表 A.1 108 种目标物和内标物的相关信息、保留时间、质谱特征离子和方法检出限（续）

序号	中文名称	CAS 号	英文名称	保留时间 min	质谱特征离子 <i>m/z</i>	检出限 μg/mL	
						血液	尿液
83	咪达唑仑	59467-70-8	Midazolam	11.0	310、325、163	0.1	0.1
84	劳拉西洋	846-49-1	Lorazepam	11.1	239、274、302	3	2
85	大麻酚	521-35-7	CBN	11.2	295、238、310	0.2	0.2
86	乙酰可待因	6703-27-1	Acetylcodeine	11.4	341、282、229	0.1	0.05
87	硝苯地平	21829-25-4	Nifedipine	11.6	284、329、224	5	3
88	帕罗西汀	61869-08-7	Paroxetine	12.0	44、192、138	0.1	0.1
89	普罗帕酮	54063-53-5	Propafenone	12.2	72、121、297	0.1	0.1
90	尼美西洋	2011-67-8	Nimetazepam	12.2	267、294、248	3	2
91	杀鼠醚	5836-29-3	Coumatetralyl	12.4	292、121、188	1	1
92	硝西洋	146-22-5	Nitrazepam	12.4	253、280、206	3	2
93	氟硝西洋	1622-62-4	Flunitrazepam	12.6	312、285、266	3	2
94	氯菊酯	52645-53-1	Permethrin	12.7	183、163、127	1	1
95	氯硝西洋	1622-61-3	Clonazepam	13.3	280、314、234	3	2
96	唑吡坦	82626-48-0	Zolpidem	13.6	235、307、219	0.1	0.05
97	氯氮平	5786-21-0	Clozapine	14.1	243、256、192	0.1	0.1
98	氟西洋	17617-23-1	Flurazepam	14.1	86、99、387	3	2
99	氯氰菊酯	52315-07-8	Cypermethrin	14.1	163、181、127	0.5	0.2
100	阿普唑仑	28981-97-7	Alprazolam	14.5	279、204、308	0.5	0.2
101	氰戊菊酯	51630-58-1	Fenvalerate	14.8	125、167、225	1	0.5
102	氟哌啶醇	52-86-8	Haloperidol	15.1	224、237、123	0.5	0.5
103	艾司唑仑	29975-16-4	Estazolam	15.2	259、205、294	0.5	0.2
104	氯氮卓	58-25-3	Chlordiazepoxide	15.3	282、299、241	0.1	0.05
105	延胡索乙素	2934-97-6	Tetrahydropalmatine	15.8	149、355、164	0.2	0.2
106	三唑仑	28911-01-5	Triazolam	15.9	313、238、342	0.5	0.2
107	溴氰菊酯	52918-63-5	Deltamethrin	16.0	181、253、172	0.5	0.2
108	佐匹克隆	43200-80-2	Zopiclone	20.0	143、245、112	0.2	0.1
109	普罗地芬 (内标物)	302-33-0	Proadifen (SKF _{525A})	9.9	86、99、165	0.5	0.2
110	烯丙异丙巴 比妥(内标 物)	77-02-1	Aprobarbital	7.0	167、124、97	0.5	0.2

注：质谱特征离子中第一个离子为基峰。