

SF

中华人民共和国司法行政行业标准

SF/T 0180—2024
代替 SF/Z JD0107019—2018

法医毒物有机质谱定性分析通则

Organic mass spectrometry identification general rules in forensic toxicology

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 色谱分离	1
6 质谱检测	1

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。

本文件代替SF/Z JD0107019—2018《法医毒物有机质谱定性分析通则》，与SF/Z JD0107019—2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了高分辨质谱分析要求（见6.5，SF/Z JD0107019—2018的6.5）。

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、中国科学院上海有机化学研究所、昆明医科大学。

本文件主要起草人：向平、刘伟、赵君博、郭寅龙、张瑞林、沈保华、严慧、施妍、陈航、王鑫、沈敏、卓先义、吴何坚。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2018年首次发布为SF/Z JD0107019—2018；

——本次为第一次修订。

法医毒物有机质谱定性分析通则

1 范围

本文件规定了法医毒物使用有机质谱定性分析的通用规则，包括原理、色谱分离和质谱检测。

本文件适用于法医毒物使用有机质谱法[质量分析系统包括四极杆、离子阱、飞行时间、扇形磁场及傅里叶变换离子回旋共振、静电场轨道阱等类型，离子源包括电子轰击电离源(EI)、化学电离源(CI)、电喷雾离子源(ESI)及大气压化学离子源(APCI)等]对毒(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 6041	质谱分析方法通则
GB/T 13966	分析仪器术语
GB/Z 35959	液相色谱-质谱联用分析方法通则
GA/T 122	毒物分析名词术语

3 术语和定义

GB/T 6041、GB/T 13966、GB/Z 35959、GA/T 122界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有机质谱法 organic mass spectrometry

有机样品分子在离子源内离子化后，进入碰撞池，裂解成各种质荷比(m/z)的离子，根据这些离子的质量数和相对丰度进行分析的方法。

4 原理

有机质谱法结合色谱的分离功能，对目标物进行检测，得到分子量、分子结构、前体离子、特征碎片离子、离子丰度和保留时间等信息，实现对目标物的定性分析。

5 色谱分离

5.1 气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析的色谱分离应使用合适的毛细管柱，液相色谱-质谱联用(LC-MS)分析的色谱分离应使用合适的液相色谱柱。

5.2 采用气相色谱进行色谱分离，在相同实验条件下，检材样品中目标物的色谱峰保留时间应大于死体积的两倍，且检材样品与相同基质添加样品之间，保留时间(RT)的相对误差允许为±2%以内。

5.3 采用液相色谱进行色谱分离，在相同实验条件下，检材样品中目标物的色谱峰保留时间应大于死体积的两倍，且检材样品与相同基质添加样品之间，保留时间(RT)的相对误差允许为±2.5%以内。

6 质谱检测

6.1 单级质谱电子轰击电离源分析

采用全扫描或选择离子监测模式时，应满足以下要求。

- 至少选取3个离子丰度比≥5%的特征碎片离子，检材样品与相同基质添加样品中目标物比较，特征离子丰度比的相对误差在表1所示的允许范围内；若不计算特征离子丰度比，则选取4个

特征碎片离子，检材样品中目标物的质谱图能匹配相应添加样品中目标物的质谱图；若无法获得 3 个特征碎片离子，则衍生化再分析或者采用另一种离子化技术分析。

- b) 所选取特征离子色谱峰的信噪比 (S/N) 均 $\geq 3:1$ 。
- c) 每张质谱图上至少有两个特征碎片离子。

表1 单级质谱电子轰击电离源分析定性时特征离子丰度比的最大允许相对误差

特征离子丰度比 (基峰%)	最大允许相对误差
>50%	$\pm 10\%$
>20%~50%	$\pm 15\%$
>10%~20%	$\pm 20\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$

6.2 单级质谱化学电离源分析

采用全扫描或选择离子监测模式时，应满足以下要求。

- a) 至少选取 2 个离子丰度比 $\geq 10\%$ 的特征碎片离子。
- b) 至少计算 1 个特征离子丰度比，检材样品与相同基质添加样品中目标物比较，特征离子丰度比的相对误差在表 2 所示的允许范围内。
- c) 所选取特征离子色谱峰的信噪比 (S/N) 均 $\geq 3:1$ 。

表2 单级质谱化学电离源定性时特征离子丰度比的最大允许相对误差

特征离子丰度比 (基峰%)	最大允许相对误差
>50%	$\pm 20\%$
>20%~50%	$\pm 25\%$
>10%~20%	$\pm 30\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$

6.3 串联质谱分析

采用多反应监测模式分析时，要求如下。

- a) 前体离子质量分辨应 ≤ 1 Da。
- b) 至少监测 1 个前体离子和 2 个特征碎片离子，计算离子对丰度比。或监测 2 个前体离子和各自对应的 1 个特征碎片离子。若无法获得特征碎片离子，则应衍生化再分析或采用另一种离子化技术分析。
- c) 所选取特征碎片离子色谱峰的信噪比 (S/N) 均应 $\geq 3:1$ 。
- d) 检材样品与相同基质添加样品中目标物比较，离子对丰度比的相对误差应在表 3 所示的允许范围内。
- e) 中性丢失和前体离子扫描模式可用于增加信息，但不能用于确证。

表3 串联质谱分析定性时离子对丰度比的最大允许相对误差

离子对丰度比%	最大允许相对误差
>50%	$\pm 20\%$
>20%~50%	$\pm 25\%$
>10%~20%	$\pm 30\%$
$\leq 10\%$	$\pm 50\%$

6.4 多级质谱 (三级以上) 分析

采用多级质谱分析时，应满足以下要求。

- a) 至少监测 MS^n 的 1 个前体离子和 MS^n 的 1 个特征碎片离子。
- b) MS^n 的特征碎片离子色谱峰的信噪比 (S/N) 均 $\geq 3:1$ 。
- c) 检材样品与相同基质添加样品中目标物比较，特征离子丰度比的相对误差在表 3 所示的允许范围内。

6.5 高分辨质谱分析

高分辨质谱的单级分析、多级质谱采用全扫描或部分扫描采集模式分析，均应满足以下要求。

- a) 检材样品中包含分子质量数的图谱与单同位素峰的理论值质量精度至少在 5×10^{-6} 以内。
- b) 检材样品的质谱图中包含至少 1 个前体离子和 1 个特征碎片离子，并且与相同基质添加样品中目标物对应的前体离子和特征碎片离子的质量精度相一致，质荷比大于等于 200 时，质量精度至少在 5×10^{-6} 以内；质荷比小于 200 时，绝对误差小于 1 mDa。
- c) 所选取特征碎片离子色谱峰的信噪比 (S/N) 均 $\geq 3:1$ 。
- d) 检材样品与相同基质添加样品中目标物比较，特征离子丰度比的相对误差在表 4 所示的允许范围内。

表4 高分辨质谱分析定性时特征离子丰度比的最大允许相对误差

特征离子丰度比 (基峰%)	最大允许相对误差
>50%	±20%
>20%~50%	±25%
>10%~20%	±30%
≤10%	±50%