

司法鉴定技术规范

SF/Z JD0107019—2018

法医毒物有机质谱定性分析通则

Organic mass spectrometry identification guidelines in forensic toxicology

2018-11-08 发布

2019-01-01 实施

中华人民共和国司法部公共法律服务管理局 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 | 2 |
| 表 1 单级质谱电子轰击电离源分析定性时相对离子丰度比的最大允许相对误差 | 2 |
| 表 2 单级质谱化学电离源分析的最大允许相对误差 | 2 |
| 表 3 串联质谱分析定性时离子相对离子丰度比的最大允许相对误差 | 3 |
| 表 4 高分辨质谱分析定性时离子相对离子丰度比的最大允许相对误差 | 3 |

前 言

本技术规范按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本技术规范由司法鉴定科学研究院提出。

本技术规范由司法部公共法律服务管理局归口。

本技术规范起草单位：司法鉴定科学研究院。

本技术规范主要起草人：向平、沈敏、卓先义、刘伟、沈保华、严慧、施妍、陈航、吴何坚。

本技术规范为首次发布。

法医毒物有机质谱定性分析通则

1 范围

本技术规范规定了法医毒物分析使用有机质谱定性分析的通用规则。

本技术规范适用于法医毒物分析使用有机质谱[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)、大气压化学离子源(APCI)等]对分子量低于800g/mol的毒(药)物的定性分析。

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 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中界定的以及下列术语和定义适用于本技术规范。

有机质谱法 organic mass spectrometry

有机样品分子在离子源内离子化后，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

有机质谱结合色谱的分离功能，对待测成分进行检测，得到分子量、分子结构和保留时间等信息，实现对目标物的定性分析。

5 色谱分离

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

5.1 采用GC进行色谱分离，在相同实验条件下，案件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 $\pm 2\%$ 以内。若有合适的内标或标志物(如柱流失峰)，计算相对保留时间(RRT)，RRT的相对误差允许为 $\pm 1\%$ 以内。

5.2 采用 LC 进行色谱分离，在相同实验条件下，案件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 $\pm 2.5\%$ 以内。若有合适的内标或标志物（如柱流失峰），计算相对保留时间（RRT），RRT 的相对误差允许为 $\pm 2\%$ 以内。

6 质谱检测

有机质谱法分析可以采用质谱技术的全扫描、选择离子、多级质谱技术如多反应监测模式，或其它具有适当电离、采集模式的质谱、多级质谱等联合技术。

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：

- a) 至少选取 3 个相对离子丰度比 $\geq 5\%$ 的特征碎片离子，案件样品与相同基质添加样品中对应目标物比较，相对离子丰度比的相对误差应在表 1 所示的允许范围内。

表1 单级质谱电子轰击电离源分析定性时相对离子丰度比的最大允许相对误差

| 相对离子丰度比（基峰%） | 最大允许相对误差 |
|--------------|------------|
| >50 | $\pm 10\%$ |
| >20~50 | $\pm 15\%$ |
| >10~20 | $\pm 20\%$ |
| ≤ 10 | $\pm 50\%$ |

若不计算相对离子丰度比，需选取4个特征碎片离子，样品的质谱图应能匹配相应标准品的质谱图；若无法获得3个特征碎片离子，则需要衍生化再分析或者采用另一种离子化技术分析。

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

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 个相对离子丰度比 $\geq 10\%$ 的特征碎片离子。
b) 至少计算 1 个离子丰度比，案件样品与相同基质添加样品中对应目标物比较，相对离子丰度比的相对误差应在表 2 所示的允许范围内。

表2 单级质谱化学电离源分析定性时相对离子丰度比的最大允许相对误差

| 相对离子丰度比（基峰%） | 最大允许相对误差 |
|--------------|------------|
| >50 | $\pm 20\%$ |
| >20~50 | $\pm 25\%$ |
| >10~20 | $\pm 30\%$ |
| ≤ 10 | $\pm 50\%$ |

- c) 所选取特征碎片离子色谱峰的信噪比(S/N)均应>3:1。

6.3 串联质谱分析

采用多反应监测模式分析时，应满足以下要求：

- 母离子质量分辨应小于或等于 1Da。
- 至少监测 1 个母离子和 2 个子离子，计算离子丰度比。或者，监测 2 个母离子和各自对应的 1 个子离子。若无法获得子离子，则需要衍生化再分析或者采用另一种离子化技术分析。
- 所选取特征碎片离子色谱峰的信噪比(S/N)均应>3:1。
- 案件样品与相同基质添加样品中对应目标物比较，相对离子丰度比的相对误差应在表 3 所示的允许范围内。

表3 串联质谱分析定性时相对离子丰度比的最大允许相对误差

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

- e) 中性丢失和母离子扫描模式可以用于增加信息，但不能用于确证。

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：

- 至少监测 MS^n 的 1 个母离子和 MS^n 的 1 个子离子。
- MS^n 的子离子色谱峰的信噪比(S/N)均应>3:1。
- 案件样品与相同基质添加样品中对应目标物比较，相对离子丰度比的相对误差应在表 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：

- 案件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。
- 案件样品的质谱图中应包含至少 2 个子离子，并且与相同基质添加样品中对应目标物子离子的质量精度至少在 5×10^{-6} 以内。
- 所选取特征碎片离子色谱峰的信噪比(S/N)均应>3:1。
- 案件样品与相同基质添加样品中对应目标物比较，相对离子丰度比的相对误差应在表 4 所示的允许范围内。

表4 高分辨质谱分析定性时相对离子丰度比的最大允许相对误差

| 相对离子丰度比(基峰%) | 最大允许相对误差 |
|--------------|----------|
| >50 | ±20% |

| | |
|--------|------|
| >20~50 | ±25% |
| >10~20 | ±30% |
| ≤10 | ±50% |
