



中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 208—2019
代替 GA/T 208—1999

法庭科学 生物检材中磷化氢检验 顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱法

Forensic sciences—Examination methods for phosphide in biological
samples—HSGC and HSGC-MS

2019-10-14 发布

2019-12-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GA/T 208—1999《中毒案件检材中磷化物的定性及定量分析方法》，与 GA/T 208—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称(见封面,1999 年版的封面)；
- 修改了范围的有关内容(见第 1 章,1999 年版的第 1 章)；
- 修改了规范性引用文件的有关内容(见第 2 章,1999 年版的第 2 章)；
- 修改了第一篇 顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的原理(见第 4 章,1999 年版的第 4 章)；
- 修改了第一篇 顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的试剂(见第 5 章,1999 年版的第 5 章)；
- 修改了第一篇 顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的仪器与器材(见第 6 章,1999 年版的第 6 章)；
- 修改了第一篇 顶空气相色谱法检测磷化氢及其代谢物的定性定量分析(见第 7 章,1999 年版的第 7 章)；
- 删除了第二篇 AgDDC 法测定磷化氢的有关内容(见 1999 年版的第 8 章~第 11 章)；
- 删除了第三篇 溴化汞试纸法测磷化氢的有关内容(见 1999 年版的第 12 章~第 15 章)；
- 修改了附录 A 的有关内容(见附录 A,1999 年版的附录 A)；
- 修改了附录 B 的有关内容(见附录 B,1999 年版的附录 B)。

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这些专利的责任。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析分技术委员会(SAC/TC 179/SC 1)提出并归口。

本标准起草单位:公安部物证鉴定中心、中国刑事警察学院、陕西省公安厅、司法鉴定科学研究院。

本标准主要起草人:侯小平、常靖、董颖、杜鸿雁、崔冠峰、朱昱、张爱东、刘伟。

法庭科学 生物检材中磷化氢检验

顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了生物检材(血、尿、肝、肾、胃及胃内容等)中磷化氢的顶空气相色谱(HSGC)定量检验、顶空气相色谱-质谱(HSGC-MS)定性定量检验方法。

本标准适用于生物检材中磷化氢的定性分析和定量分析。其他可疑样品中磷化氢的定性分析和定量分析可参照使用。

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 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

以空白样品和添加样品作对照,以平行操作的要求,采用顶空气相色谱-质谱法定性定量,顶空气相色谱法定量,以保留时间、质谱特征离子碎片峰和相对丰度比作为定性判断依据;以峰面积为依据,用外标法进行定量分析。

5 试剂和材料

5.1 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。在分析中使用的试剂均为分析纯,试剂包括:

- a) 20%硫酸溶液:取 20 mL 浓硫酸,缓慢加入 80 mL 水中;
- b) 锌粉(无砷);
- c) 标准溶液:
 - 1) 次亚磷酸钠标准溶液(相当于含磷化氢 1.0 mg/mL):精确称取次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)标准物质 155.90 mg,用少量水溶解后,稀释至 50 mL,配制成相当于含磷化氢 1.0 mg/mL的次亚磷酸钠标准溶液,置于冰箱中冷藏保存。有效期 1 个月。
 - 2) 次亚磷酸钠工作液(相当于含磷化氢 0.1 mg/mL):移取次亚磷酸钠标准溶液(相当于含磷化氢 1.0 mg/mL),用水稀释至 10 mL,密封,置于冰箱中冷藏保存,有效期 7 天。实验