

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T842—2009

血液酒精含量的检验方法

Analysis method for ethanol concentration in blood

2009-07-27 发布

2009-12-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由公安部道路交通安全管理标准化技术委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：天津市公安交通管理局。

本标准参加起草单位：天津市天通司法鉴定中心。

本标准主要起草人：谢金荣、沈宇明、张灏、刘洪月、蔡红艳、刘俊芳。

血液酒精含量的检验方法

1 范围

本标准规定了血液酒精含量的顶空气相色谱检验方法。

本标准适用于道路交通执法活动中对人员血液中酒精(以下均称乙醇)、正丙醇的定性和定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB19522 车辆驾驶人员血液、呼气酒精含量阈值与检验

GA/T122—1995 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GB19522和GA/T122—1995中确立的术语和定义适用于本标准。

4 原理

本方法利用乙醇的易挥发性,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;经与平行操作的乙醇标准品比较,以保留时间或相对保留时间定性,用内标法以乙醇对内标物的峰面积比进行定量分析。

5 试剂

5.1 乙醇标准溶液

吸取10.04mL或称取8.008g无水乙醇标准品(含量不小于99.9%)置于100mL容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得8000mg/100mL乙醇储备液,将储备液稀释分别得到浓度为4000 mg/100mL、2000mg/100mL、1000mg/100mL、100mg/100mL的乙醇标准使用液。密封,冷藏保存,使用期60天。

5.2 正丙醇标准溶液

吸取1.25mL或称取1.001g正丙醇标准品(含量不小于99.9%)置于100mL容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得1000mg/100mL正丙醇储备液,密封,冷藏保存,使用期60天。

5.3 内标物标准溶液

吸取1.28mL或称取1.050g叔丁醇标准品(含量不小于99.5%)置于500mL容量瓶中,添加重蒸馏水至刻度,混匀,得200mg/100mL叔丁醇标准使用液,密封,冷藏保存,使用期60天。

6 器材

顶空气相色谱检验方法应具备以下器材:

- a) 气相色谱仪;
- b) 顶空进样器或恒温加热器;
- c) 样品瓶;
- d) 硅橡胶垫;
- e) 聚四氟乙烯薄膜;

- f) 铝帽;
g) 密封钳;
h) 注射器。

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 样品制备

7.1.1.1 检材制备

取0.50mL待测全血及0.10mL叔丁醇标准使用液,加入样品瓶内,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,置顶空进样器或恒温加热器中70℃加热15min待测。

7.1.1.2 空白检材和添加检材制备

取0.50mL空白全血两份,其中一份添加5μL浓度为100mg/100mL的乙醇标准使用液和0.10mL叔丁醇标准使用液按上述方法平行操作以进行空白对照分析和已知对照分析。

7.1.2 检测

7.1.2.1 气相色谱检测参考条件

气相色谱检测参考条件见表1。

表1 气相色谱检测参考条件

参考条件	色谱柱 ^a	柱温	载气	载气流速	检测器	检测器温度	进样口温度
1	DB—ALC2毛细管柱 (30m×0.32mm i.d.×1.2μm)	50℃	氮气	3mL/min	火焰离子化检测器 (FID)	250℃	200℃
2	PLOT Q毛细管柱 (30m×0.53mm i.d.×20.00μm)	130℃		4mL/min			
3	GDX-102 (60目~80目) (2m×3mm) 填充柱	120℃		20mL/min ~40mL/min			
4	5%Carbowax-20M/Carbopack(80 目~100目)(2m×3mm) 填充柱	60℃		20mL/min ~40mL/min			

^a 或具有同等分离效果的其他色谱柱

7.1.2.2 顶空自动进样分析参考条件:

顶空进样分析参考条件见表2。

表2 顶空进样分析参考条件

参考条件	加热箱温度	样品瓶加热平衡时间	定量环(或取样针)温度	传输管线温度
顶空进样器	70℃	15.0min	105℃	110℃
恒温加热器	70℃	15.0min	—	—

7.1.2.3 进样

7.1.2.3.1 顶空自动进样

将已制备的进样瓶置于顶空自动进样器样品架上,编制进样方法并运行。

7.1.2.3.2 顶空手动进样

用注射器吸取经恒温加热器加热后样品瓶内液面上的气体1.0mL,注入气相色谱仪中。

7.1.3 记录与计算

分别记录各样品中叔丁醇、乙醇标准品和可疑乙醇峰的保留时间,计算它们的保留时间平均值和样品中乙醇相对于叔丁醇的相对保留时间值。

7.2 定量分析

7.2.1 样品制备

7.2.1.1 检材制备

吸取0.50mL待测全血两份,分别加入样品瓶内,各加入0.10mL叔丁醇标准使用液,按7.1.1密封瓶口后,混匀,置顶空进样器或恒温加热器中70℃加热15min待测。

7.2.1.2 添加检材制备

取0.49mL空白血液,3份,分别添加10μL浓度为1000mg/100mL,2000mg/100mL,4000mg/100mL的乙醇标准使用液得到乙醇浓度为20mg/100mL,40mg/100mL,80mg/100mL的血液样品,再分别添加0.10mL叔丁醇标准使用液,按上述方法平行操作。

7.2.2 检测与记录

按7.1.2操作,记录检材和添加检材中乙醇和叔丁醇峰面积值。

7.2.3 计算

7.2.3.1 校准曲线

用添加检材中的乙醇与叔丁醇峰面积之比对乙醇添加含量做校准曲线。

7.2.3.2 定量

利用校准曲线计算检材中的乙醇含量X(mg/100mL)。

7.2.3.3 计算相对相差

两份样品平行测定结果的相对相差按下式计算:

$$\text{相对相差}(\%) = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中:

X_1 、 X_2 —为两份样品平行定量测定的结果;

$\bar{X}$ —两份样品检测结果的平均值。

8 结果评价

8.1 定性结果评价

8.1.1 阳性结果

空白对照分析中未出现乙醇和叔丁醇的色谱峰为正常,出现乙醇或(和)叔丁醇的色谱峰,说明空白有干扰,结果无效,应重新检验;空白对照分析正常,检材中色谱峰的相对保留时间(或保留时间)与添加检材中乙醇的相对保留时间(或保留时间)比较,误差小于2%,经选择不同的色谱条件检测,结果一致时,则认定检材中含有乙醇。乙醇、正丙醇和叔丁醇的气相色谱图参见附录A。

8.1.2 阴性结果

已知对照分析中同时出现乙醇和叔丁醇的色谱峰为正常,未出现乙醇或(和)叔丁醇的色谱峰,说明操作有误,结果无效,应重新检验。已知对照分析正常,检材的叔丁醇色谱峰正常,而无乙醇的色谱峰时,则认定检验结果为阴性。

8.1.3 检出限

本方法测定血液中乙醇的检出限为1mg/100mL。

8.2 定量结果评价

8.2.1 校准曲线

乙醇含量校准曲线的线性相关系数r不小于0.999,校准曲线有效。

8.2.2 定量结果

检材的两次测定结果的相对相差不大于15%时,测定结果有效,定量结果按两次测定结果的平均值计算。尸体血液中乙醇含量测定结果的判定参见附录B。

8.2.3 测定限

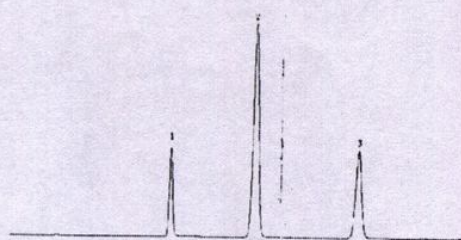
本方法测定血液中乙醇的测定限为5mg/100mL。所测样品定性分析结果为阳性，定量分析乙醇含量小于5mg/100mL，检测结果为血中检出酒精成份，其含量小于5mg/100mL。

附录 A

(资料性附录)

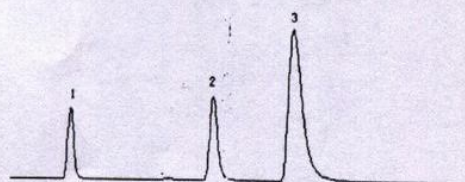
乙醇、正丙醇和叔丁醇气相色谱图

A. 1 乙醇、正丙醇和叔丁醇气相色谱图见图A. 1、图A. 2、图A. 3和图A. 4。



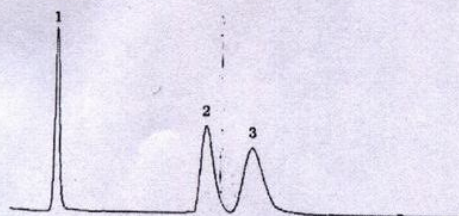
编号	化合物	RT (min)
1	乙醇	1.530
2	叔丁醇	1.943
3	正丙醇	2.445

图A. 1 DB-ALC2毛细管柱血中酒精含量检测色谱图 (柱1)



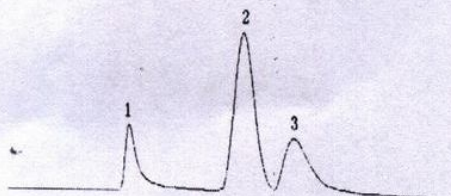
编号	化合物	RT (min)
1	乙醇	1.845
2	正丙醇	2.903
3	叔丁醇	3.618

图A. 2 PLOT Q毛细管柱血中酒精含量检测色谱图 (柱2)



编号	化合物	RT (min)
1	乙醇	2.023
2	正丙醇	5.594
3	叔丁醇	6.667

图A. 3 GDX-102柱血中酒精含量检测色谱图 (柱3)



编号	化合物	RT (min)
1	乙醇	1.697
2	叔丁醇	3.203
3	正丙醇	3.845

图A. 4 5%Carbowax-20M/Carbopack柱血中酒精含量检测色谱图 (柱4)

附 录 B

(资料性附录)

尸体血液乙醇含量测定结果的判定

B. 1 尸体血液乙醇定量结果的判定

尸体血液中乙醇含量的判定应优先采用外周静脉血乙醇定量结果。尸体腐败可能生成乙醇，一般尸体腐败产生乙醇的同时平行产生正丙醇，如果同时检出乙醇、正丙醇，用乙醇含量减去二十倍的正丙醇含量，得到血中乙醇含量的下限。正丙醇的定性和定量检验方法与乙醇相同。
