

检验鉴定技术规范

JD/Y JY02.10-2021

水样中 21 种毒品及代谢物与 可替宁的测定

2021-10-15 发布

2021-10-15 生效

公安部禁毒情报技术中心 发布

水样中 21 种毒品及代谢物与可替宁的测定

1 范围

本标准规定了法庭科学水样中吗啡等 21 种毒品及代谢物和可替宁（见附录 A）的高效液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）定性定量测定方法。

第一法为离线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法，第二法为在线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法，本标准适用于法庭科学水样中吗啡等 21 种毒品及代谢物和可替宁的定性定量测定。其他检材可参照使用。

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 原理

以空白样品和添加样品作对照，按平行操作的要求，对水样进行离线或在线固相萃取，采用高效液相色谱-串联质谱法定性定量，以保留时间、质谱特征离子对和离子丰度比作为定性判断依据；以峰面积为依据，采用同位素内标法进行定量。

第一法 离线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法

4 试剂和材料

4.1 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。除非另有说明，在分析中使用的试剂均为色谱纯，试剂包括：

4.1.1 甲醇。

4.1.2 乙腈。

4.1.3 甲酸。

4.1.4 浓盐酸（分析纯）。

4.1.5 浓氨水。

4.1.6 甲酸铵。

4.1.7 生活饮用水。

4.2 试剂配制

4.2.1 5%氨水甲醇溶液（以配制 1000mL 为例）：量取浓氨水 50mL，加甲醇稀释至 1000mL，混匀备用。

4.2.2 甲酸铵-甲酸缓冲液（以配制 1000mL 为例）：称取甲酸铵 315mg，加水稀释至 1000mL，加入甲酸 0.75mL，超声波清洗器超声，备用。

4.2.3 0.1%甲酸乙腈溶液（以配制 1000mL 为例）：量取甲酸 1.0mL，加乙腈稀释至 1000mL，超声波清洗器超声，备用。

4.3 标准溶液配制

4.3.1 100 μ g/mL 单一标准物质储备溶液（乙腈）：根据 O⁶-单乙酰吗啡、可卡因标准物质及其氘代内标的纯度和盐型换算后，各称取适量，用乙腈分别配制成 100 μ g/mL 标准物质储备溶液，或采用市售标准溶液，-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 12 个月。

4.3.2 100 μ g/mL 单一标准物质储备溶液（甲醇）：根据吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺（以下简称 MDMA）、3,4-亚甲二氧基苯丙胺（以下简称 MDA）、苯甲酰爱康宁、四氢大麻酸、可替宁、甲卡西酮、氟胺酮、4-甲氧基甲基苯丙胺（以下简称 PMMA）、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶（以下简称 4-ANPP）、可待因、美沙酮和曲马多等 20 种标准物质及其氘代内标的纯度和盐型换算后，各称取适量，用甲醇分别配制成 100 μ g/mL 标准物质储备溶液，或采用市售标准溶液，-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 12 个月。

4.3.3 1 μ g/mL 四氢大麻酸工作溶液：移取 100 μ g/mL 的四氢大麻酸标准物质储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的四氢大麻酸工作溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

4.3.4 1 μ g/mL 混合标准物质工作溶液：分别移取 100 μ g/mL 的吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 20 种单一标准物质储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的混合标准物质工作溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

4.3.5 1 μ g/mL 四氢大麻酸氘代内标工作溶液：移取 100 μ g/mL 的四氢大麻酸氘代内标储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的四氢大麻酸氘代内标溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

4.3.6 1 μ g/mL 混合氘代内标工作溶液：分别移取 100 μ g/mL 的吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 20 种单一氘代内标储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的混合氘代内标溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

4.3.7 25ng/mL 四氢大麻酸氘代内标工作溶液：移取 1 μ g/mL 四氢大麻酸氘代内标工作溶液，用甲醇配制成浓度为 25ng/mL 的四氢大麻酸氘代内标工作溶液，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

4.3.8 混合氘代内标工作溶液：分别移取 1 μ g/mL 混合氘代内标工作溶液和 100 μ g/mL 可替宁氘代内标储备溶液，用甲醇配制成混合氘代内标工作溶液，其中吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 20 种氘代内标浓度为 25ng/mL，可替宁氘代内标浓度为 500ng/mL，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

注：混合标准物质工作溶液中所含物质种类可根据实际需要选择。

4.4 材料

4.4.1 玻璃纤维滤膜（1.2 μ m，直径 47mm）。

4.4.2 GHP 微孔滤膜（0.2 μ m，直径 13mm）。

4.4.3 离线固相萃取柱：Oasis® PRIME MCX 柱（60mg，3CC）、Oasis®PRIME HLB（60mg，3CC）或等效固相萃取柱。

注：Oasis® PRIME MCX 柱和 Oasis® PRIME HLB 柱（60mg，3CC）是 Waters 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

4.4.4 50mL 具盖离心管。

4.4.5 10mL 塑料离心管。

- 4.4.6 玻璃滴管。
- 4.4.7 2mL 进样瓶。
- 4.4.8 250 μ L 内衬管。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
- 5.2 水样过滤装置。
- 5.3 电子天平：分度值 $d \leq 0.01\text{mg}$ 。
- 5.4 移液器。
- 5.5 振荡器。
- 5.6 溶剂过滤器。
- 5.7 超声清洗器。
- 5.8 固相萃取仪。
- 5.9 浓缩器。
- 5.10 超纯水装置。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 四氢大麻酸的提取

6.1.1.1 样品过滤

将检材样品解冻并充分摇匀，玻璃纤维滤膜过滤，移取滤液 50mL 于具盖离心管中，每份样品平行取两份。加入 25ng/mL 四氢大麻酸氘代内标溶液（4.3.7）100 μ L，混匀。

6.1.1.2 固相萃取

使用固相萃取仪将样品全部加载至 Oasis®PRIME HLB(60mg, 3CC)固相萃取柱中，过柱流速 4mL/min，纯水 4mL 淋洗，淋洗流速 2mL/min，气推固相萃取柱至干燥。用甲醇 4mL 洗脱，洗脱流速不超过 1mL/min，收集洗脱液。

6.1.1.3 样品浓缩及复溶

将洗脱液置于浓缩器上浓缩至近干，加入甲醇 250 μ L，混匀，GHP 微孔滤膜过滤，作为检材样品提取液，供仪器检测。

6.1.2 吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、可替宁、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 21 种目标物的提取

6.1.2.1 样品过滤

将检材样品解冻并充分摇匀，玻璃纤维滤膜过滤，移取滤液 50mL 于具盖离心管中，每份样品平行取两份，用浓盐酸调节 pH 值至 1-2。加入混合氘代内标工作溶液（4.3.8）100 μ L，混匀。

6.1.2.2 固相萃取

使用固相萃取仪将样品全部加载至 Oasis®PRIME MCX(60mg, 3CC)固相萃取柱中，过柱流速 4mL/min，甲醇 4mL 淋洗，淋洗流速 2mL/min，气推固相萃取柱至干燥，用 5%氨水甲醇溶液 4mL 洗脱，洗脱流速不超过 1mL/min，收集洗脱液。

6.1.2.3 样品浓缩及复溶

将洗脱液置于浓缩器上浓缩至近干，加入甲酸铵-甲酸缓冲液（4.2.3）250 μ L 复溶，混匀，GHP 微孔滤膜过滤，作为检材样品提取液，供仪器检测。

6.2 空白样品制备

平行取两份 50mL 生活饮用水，与检材样品平行操作，得到空白样品提取液，供仪器检测。

6.3 标准添加样品制备

平行取若干份 50mL 生活饮用水，添加混合标准工作溶液，与检材样品平行操作，得到添加样品提取液，供仪器检测。校准曲线应不少于 6 个浓度点，每个浓度点平行配制两份。目标物浓度为 1、10、50、100、200、250 (ng/L)；可替宁浓度为 20、200、1000、2000、4000、5000 (ng/L)。

6.4 高效液相色谱-串联质谱仪参考条件

以下为参考条件，可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整：

a) 色谱柱：ACQUITY UPLC HSS C18 柱（2.1mm \times 150mm，1.8 μ m）或其他等效柱；

注：ACQUITY UPLC HSS C18 为 Waters 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

b) 柱温：50 $^{\circ}$ C；

c) 进样量：1 μ L；

d) 流动相 A 相：甲酸铵-甲酸缓冲液（4.2.2）；

e) 流动相 B 相：0.1%甲酸乙腈溶液（4.2.3）；

f) 流速：0.4mL/min；

g) 洗脱：梯度洗脱，梯度洗脱条件见表 1；

表 1 离线固相萃取法-梯度洗脱条件

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
3.00	77	23
10.00	50	50
10.75	5	95
12.25	5	95

时间 (min)	A (%)	B (%)
12.50	95	5
15.00	95	5

- h) 离子源模式：四氢大麻酸为负离子模式（ESI⁻），其它 21 种目标物为正离子模式（ESI⁺）；
i) 毛细管电压：1.0 kV；
j) 脱溶剂温度：500℃；
k) 脱溶剂气：1000 L/hr；
l) 锥孔气：150 L/hr；
m) 采集时间：0~15 min；
n) 采集模式：多反应监测（MRM），目标物具体质谱参数及参考保留时间见表 2。

表 2 离线固相萃取法-目标物的定性、定量离子对和参考保留时间、碰撞能量条件

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	锥孔电压(V)	碰撞能量 (eV)
吗啡	286.1/201.1	286.1/201.1	1.83	18	24
		286.1/165.1			38
O ⁶ -单乙酰吗啡	328.2/211.1	328.2/211.1	3.15	15	26
		328.2/165.1			36
甲基苯丙胺	150.1/119.1	150.1/119.1	3.41	18	10
		150.1/91.1			14
苯丙胺	136.1/91.1	136.1/119.1	3.19	25	10
		136.1/91.1			20
氯胺酮	238.1/125.0	238.1/207.1	3.88	20	14
		238.1/125.0			26
去甲氯胺酮	224.1/125.0	224.1/207.1	3.74	15	18
		224.1/125.0			22
MDMA	194.1/163.1	194.1/163.1	3.42	30	12
		194.1/105.1			22
MDA	180.1/133.1	180.1/133.1	3.23	20	20
		180.1/105.1			20
可卡因	304.2/182.1	304.2/182.1	4.80	25	15
		304.2/150.1			25
苯甲酰爱康宁	290.1/168.1	290.1/168.1	3.67	15	18
		290.1/105.0			32
可替宁	177.1/80.0	177.1/80.0	1.67	38	10
		177.1/98.0			13
四氢大麻酸	343.2/245.2	343.2/245.2	11.73	46	30
		343.2/191.2			32
甲卡西酮	164.1/131.1	164.1/131.1	2.85	20	18

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	锥孔电压(V)	碰撞能量 (eV)
		164.1/105.0			20
氟胺酮	222.1/109.1	222.1/109.1	3.53	20	22
		222.1/163.2			14
PMMA	180.1/121.0	180.1/121.0	3.61	16	20
		180.1/149.2			15
芬太尼	337.2/188.1	337.2/188.1	6.29	20	24
		337.2/105.1			34
去苯乙基芬太尼	233.2/84.0	233.2/84.0	3.93	22	16
		233.2/177.1			14
去苯乙基乙酰芬 太尼	219.2/84.0	219.2/84.0	3.11	34	16
		219.2/136.0			18
4-ANPP	281.2/105.1	281.2/105.1	6.33	20	19
		281.2/188.1			30
可待因	300.1/165.1	300.1/165.1	2.84	25	35
		300.1/199.1			28
美沙酮	310.2/105.0	310.2/105.0	8.47	20	20
		310.2/265.2			10
曲马多	264.0/58.1	264.0/58.1	4.37	18	18
		264.0/246.2			12
吗啡-D ₃	289.2/201.1	289.2/201.1	1.82	18	24
		289.2/165.1			38
O ⁶ -单乙酰吗啡 -D ₃	331.2/211.1	331.2/211.1	3.14	15	26
		331.2/165.1			36
甲基苯丙胺-D ₅	155.2/121.1	155.2/121.1	3.41	18	10
		155.2/92.1			14
苯丙胺-D ₅	141.1/93.1	141.1/124.1	3.17	25	10
		141.1/93.1			20
氯胺酮-D ₄	242.1/129.0	242.1/211.1	3.86	20	14
		242.1/129.0			26
去甲氯胺酮-D ₄	228.1/129.0	228.1/211.1	3.73	15	18
		228.1/129.0			22
MDMA-D ₅	199.1/165.1	199.1/165.1	3.42	30	12
		199.1/107.1			22
MDA-D ₅	185.1/138.1	185.1/138.1	3.22	20	20
		185.1/110.1			20
可卡因-D ₃	307.2/185.1	307.2/185.1	4.79	25	15
		307.2/153.1			25

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	锥孔电压(V)	碰撞能量 (eV)
苯甲酰爱康宁 -D ₃	293.1/171.1	293.1/171.1	3.67	15	18
		293.1/105.0			32
可替宁-D ₃	180.1/80.0	180.1/80.0	1.65	38	10
		180.1/100.9			13
四氢大麻酸-D ₃	346.2/248.2	346.2/248.2	11.72	46	30
		346.2/194.2			32
甲卡西酮-D ₃	167.1/131.1	167.1/131.1	2.84	20	18
		167.1/105.0			20
氟胺酮-D ₄	226.1/113.1	226.1/113.1	3.52	20	22
		226.1/167.2			14
PMMA-D ₃	183.1/121.0	183.1/121.0	3.60	16	20
		183.1/149.1			15
芬太尼-D ₅	342.3/188.1	342.3/188.1	6.25	20	24
		342.3/105.1			34
去苯乙基芬太尼 -D ₅	238.2/84.0	238.2/84.0	3.90	22	16
		238.2/182.1			14
去苯乙基乙酰芬 太尼- ¹³ C ₆	225.2/84.0	225.2/84.0	3.11	34	16
		225.2/142.0			18
4-ANPP-D ₅	286.2/105.1	286.2/105.1	6.28	20	19
		286.2/188.1			30
可待因-D ₆	306.1/165.0	306.1/165.0	2.82	25	35
		306.1/202.1			28
美沙酮-D ₃	313.3/105.0	313.3/105.0	8.45	20	20
		313.3/268.2			10
曲马多-D ₃	267.2/58.1	267.2/58.1	4.34	18	18
		267.2/249.2			12

6.5 进样

按 6.4 仪器条件进行检测，进样顺序如下：

- a) 空白甲酸铵-甲酸缓冲液；
- b) 空白样品提取液；
- c) 添加样品提取液；
- d) 空白样品提取液；
- e) 检材样品提取液。

7 计算

7.1 标准曲线的制作

以标准添加样品提取液中目标物和相应氘代内标的定量离子对峰面积比的均值为纵坐标，标准添加样品提取液中目标物的浓度为横坐标，进行线性回归，得到线性方程，其线性相关系数 r 应大于 0.99。

7.2 计算浓度

根据检材样品提取液中目标物和相应氘代内标的定量离子对峰面积比值，代入线性方程，用内标法计算出检材样品中目标物的浓度。目标物的峰面积应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应用生活饮用水稀释后重新测定。

7.3 计算相对相差

$$RD = |C1 - C2| / \bar{C} \times 100\%$$

RD: 相对相差 (%) ;

C1、C2: 两份检材样品中目标物的浓度;

\bar{C} : 两份检材样品中目标物浓度的平均值。

8 结果评价

8.1 定性结果评价

8.1.1 阳性结果评价

在相同条件下进行样品测定时，检材样品提取液中目标物的色谱峰保留时间与标准添加样品提取液中目标物保留时间一致（相对误差在 $\pm 2.5\%$ 之内），目标物的定性离子对与标准添加样品一致，且离子对丰度比与标准添加样品相比，相对偏差不超过表 3 规定的范围，空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出目标物。

表 3 离子对丰度比的最大允许偏差范围

定性离子对与定量离子对峰面积比	$\geq 50\%$	20%-50%	10%-20%	$\leq 10\%$
最大允许偏差范围	$\pm 20\%$	$\pm 25\%$	$\pm 30\%$	$\pm 50\%$

8.1.2 阴性结果评价

检材样品提取液中未出现与标准添加样品中目标物一致的色谱峰，空白样品无干扰，则阴性结果可靠。

8.2 定量结果评价

如果目标物含量的相对相差 $RD \leq 20\%$ ，定量结果可靠；如果目标物含量的相对相差 $RD > 20\%$ ，定量结果不可靠，应重新提取检材测定。

第二法 在线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法

9 试剂和材料

9.1 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。除非另有说明，在分析中使用的试剂均为色谱纯，试剂包括：

- 9.1.1 甲醇。
- 9.1.2 乙腈。
- 9.1.3 甲酸。
- 9.1.4 异丙醇。
- 9.1.5 乙酸胺。
- 9.1.6 生活饮用水。

9.2 试剂配制

9.2.1 30%乙酸铵溶液（以配制 100mL 为例）：称取乙酸铵 30g，加水稀释至 100mL，混匀备用。

9.2.2 0.1%甲酸乙腈溶液（以配制 1000mL 为例）：量取甲酸 1.0mL，加乙腈稀释至 1000mL，超声波清洗器超声，备用。

9.2.3 0.1%甲酸水溶液（以配制 1000mL 为例）：量取甲酸 1.0mL，加水稀释至 1000mL，超声波清洗器超声，备用。

9.2.4 甲醇-乙腈-异丙醇混合溶液（以配制 900mL 为例）：分别量取甲醇、乙腈和异丙醇各 300 mL，超声波清洗器超声，备用。

9.2.5 0.1%甲酸水-甲醇混合溶液（以配制 1000mL 为例）：量取甲醇 500mL，加水稀释至 1000mL，加入甲酸 1.0mL，超声波清洗器超声，备用。

9.3 标准溶液配制

9.3.1 1 μ g/mL 混合标准物质工作溶液：分别移取 100 μ g/mL 吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、四氢大麻酸、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 21 种单一标准物质储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的混合标准物质工作溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

9.3.2 1 μ g/mL 混合氘代内标工作溶液：分别移取 100 μ g/mL 的吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、四氢大麻酸、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 21 种单一氘代内标储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1 μ g/mL 的混合氘代内标溶液，密封，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

9.3.3 混合氘代内标工作溶液：分别移取 1 μ g/mL 混合氘代内标工作溶液和 100 μ g/mL 可替宁氘代内标储备溶液，用甲醇配制成混合氘代内标工作溶液，其中吗啡、O⁶-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、苯丙胺、氯胺酮、去甲氯胺酮、MDMA、MDA、可卡因、苯甲酰爱康宁、四氢大麻酸、甲卡西酮、氟胺酮、PMMA、芬太尼、去苯乙基芬太尼、去苯乙基乙酰芬太尼、4-ANPP、可待因、美沙酮和曲马多等 21 种氘代内标浓度为 25ng/mL，可替宁氘代内标浓度为 500ng/mL，0-4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 6 个月。

注：混合标准物质工作溶液中所含物质种类可根据实际需要选择。

9.4 材料

9.4.1 玻璃纤维滤膜（1.2 μm ，直径 47mm）。

9.4.2 再生纤维素滤膜（0.2 μm ，直径 25mm）。

9.4.3 50mL 具盖离心管。

9.4.4 4mL 进样瓶，或与在线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱仪相匹配的进样瓶。

10 仪器和设备

10.1 高效液相色谱-串联质谱仪：配有自动在线固相萃取装置及电喷雾离子源（ESI）。

10.2 水样过滤装置。

10.3 电子天平：分度值 $d \leq 0.01\text{mg}$ 。

10.4 移液器。

10.5 振荡器。

10.6 溶剂过滤器。

10.7 超声清洗器。

10.8 超纯水装置。

11 分析步骤

11.1 样品前处理

将检材样品解冻并充分摇匀，玻璃纤维滤膜过滤，移取滤液 50mL 于具盖离心管中，每份样品平行取两份。加入 30% 乙酸铵溶液（9.2.1）500 μL ，加入混合氘代内标工作溶液（9.3.3）100 μL ，混匀，再生纤维素滤膜过滤，供仪器检测。

11.2 空白样品制备

平行取两份 50mL 生活饮用水，与检材样品平行操作，得到空白样品，供仪器检测。

11.3 标准添加样品制备

平行取若干份 50mL 生活饮用水，添加混合标准工作溶液，与检材样品平行操作，得到标准添加样品，供仪器检测。校准曲线应不少于 6 个浓度点，每个浓度点平行配制两份。目标物浓度为 1、10、50、100、200、250（ng/L）；可替宁浓度为 20、200、1000、2000、4000、5000（ng/L）。

11.4 液相色谱-质谱参考条件

以下为参考条件，可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整：

a) 色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3 柱（2.1mm \times 100mm，1.8 μm ）或其他等效柱；

b) 在线固相萃取柱：Oasis® HLB Direct Connect HP 柱（2.1mm \times 30mm，20 μm ）或等效固相萃取柱。

注：ACQUITY UPLC HSS T3、Oasis® HLB Direct Connect HP 为 Waters 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

c) 柱温：40 $^{\circ}\text{C}$ ；

d) 进样量：1500 μL ；

- e) 在线固相萃取四元泵流动相 A: 水; B: 甲醇-乙腈-异丙醇混合溶液 (9.2.4); C: 0.1%甲酸水-甲醇混合溶液 (9.2.5);
- f) 二元泵流动相 A: 0.1%甲酸水溶液 (9.2.3); B: 0.1%甲酸乙腈溶液 (9.2.2);
- g) 固相萃取: 四元泵在线固相萃取条件见表 4;
- h) 洗脱: 二元泵梯度洗脱, 梯度洗脱条件见表 5;

表 4 四元泵在线固相萃取条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	A (%)	B (%)	C (%)	D (%)
0.00	0.5	100	0	0	0
0.01	3	100	0	0	0
3.00	3	0	0	100	0
5.00	3	0	100	0	0
7.00	3	100	0	0	0
9.00	3	100	0	0	0
9.10	0.5	100	0	0	0
17.00	0.5	100	0	0	0

表 5 二元泵梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	A (%)	B (%)
0.00	0.4	95	5
2.40	0.4	95	5
8.40	0.4	70	30
13.90	0.4	0	100
15.90	0.4	0	100
16.00	0.4	95	5
17.00	0.4	95	5

- i) 离子源模式: 四氢大麻酸为负离子模式 (ESI-), 其它 21 种目标物为正离子模式 (ESI+);
- j) 雾化气: 3 L/min;
- k) 干燥气: 10 L/min;
- l) 加热气: 10 L/min;
- m) 接口温度: 350°C;
- n) 采集时间: 0~15 min;
- o) 采集模式: 多反应监测 (MRM), 目标物具体质谱参数及参考保留时间见表 6。

表 6 在线固相萃取法-目标物定性、定量离子对和参考保留时间、碰撞能量条件

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	Q1 偏差(V)	Q3 偏差(V)	碰撞能量 (eV)
吗啡	286.1/201.1	286.1/201.1	4.60	19	22	26
		286.1/165.1		19	30	40
O ⁶ -单乙酰吗啡	328.2/165.1	328.2/211.1	6.53	24	24	28
		328.2/165.1		24	18	37

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	Q1 偏差(V)	Q3 偏差(V)	碰撞能量 (eV)
甲基苯丙胺	150.1/91.1	150.1/119.1	6.57	11	21	14
		150.1/91.1		11	18	19
苯丙胺	136.1/91.1	136.1/119.1	6.23	14	22	14
		136.1/91.1		14	19	17
氯胺酮	238.1/125.0	238.1/207.1	7.39	12	21	13
		238.1/125.0		12	24	26
去甲氯胺酮	224.1/125.0	224.1/207.1	7.22	12	23	12
		224.1/125.0		12	24	24
MDMA	194.1/163.1	194.1/163.1	6.72	15	28	13
		194.1/105.1		15	18	24
MDA	180.1/105.1	180.1/133.1	6.46	13	27	20
		180.1/105.1		13	22	22
可卡因	304.2/182.1	304.2/182.1	8.55	22	20	21
		304.2/150.1		22	29	26
苯甲酰爱康宁	290.1/168.1	290.1/168.1	7.46	14	19	19
		290.1/105.0		14	18	29
可替宁	177.1/80.1	177.1/80.1	4.14	13	29	12
		177.1/98.1		13	15	12
四氢大麻酸	343.2/299.2	343.2/245.2	13.54	13	13	28
		343.2/299.2		13	19	20
甲卡西酮	164.1/131.1	164.1/131.1	5.77	12	14	21
		164.1/105.0		12	21	23
氟胺酮	222.1/109.1	222.1/109.1	6.88	16	21	29
		222.1/163.2		16	30	17
PMMA	180.1/121.2	180.1/121.2	6.93	14	13	22
		180.1/149.2		13	29	14
芬太尼	337.2/188.1	337.2/188.1	10.11	13	13	24
		337.2/105.1		20	20	45
去苯乙基芬太尼	233.2/84.1	233.2/84.1	7.42	17	17	20
		233.2/56.0		28	26	30
去苯乙基乙酰芬太尼	219.2/84.1	219.2/84.1	6.28	16	16	19
		219.2/56.0		26	24	38
4-ANPP	281.2/188.1	281.2/105.1	9.95	20	20	34
		281.2/188.1		11	13	19
可待因	300.1/165.1	300.1/165.1	5.99	22	18	42
		300.1/199.1		22	23	31
美沙酮	310.2/265.2	310.2/105.0	11.04	20	15	25

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	Q1 偏差(V)	Q3 偏差(V)	碰撞能量 (eV)
		310.2/265.2			201	20
曲马多	264.0/58.1	264.0/58.1	8.05	20	24	24
		264.0/246.2		19	27	12
吗啡-D ₃	289.2/201.1	289.2/201.1	4.60	19	22	26
		289.2/165.1		19	30	40
O ⁶ -单乙酰吗啡-D ₃	331.2/165.1	331.2/211.1	6.53	24	24	28
		331.2/165.1		24	18	37
甲基苯丙胺-D ₅	155.1/92.1	155.1/121.1	6.56	11	21	14
		155.1/92.1		11	18	19
苯丙胺-D ₅	141.1/93.1	141.1/124.1	6.21	14	22	14
		141.1/93.1		14	19	17
氯胺酮-D ₄	242.1/129.0	242.1/211.1	7.35	12	21	13
		242.1/129.0		12	24	26
去甲氯胺酮-D ₄	228.1/129.0	228.1/211.1	7.20	12	23	12
		228.1/129.0		12	24	24
MDMA-D ₅	199.1/165.1	199.1/165.1	6.71	15	28	13
		199.1/107.1		15	18	24
MDA-D ₅	185.1/110.1	185.1/138.1	6.44	13	27	20
		185.1/110.1		13	22	22
可卡因-D ₃	307.2/185.1	307.2/185.1	8.55	22	20	21
		307.2/153.1		22	29	26
苯甲酰爱康宁-D ₃	293.1/171.1	293.1/171.1	7.46	14	19	19
		293.1/105.0		14	18	29
可替宁-D ₃	180.1/80.0	180.1/80.0	4.14	13	29	12
		180.1/101.1		13	15	12
四氢大麻酸-D ₃	346.2/302.2	346.2/248.2	13.53	13	13	28
		346.2/302.2		13	19	20
甲卡西酮-D ₃	167.1/131.1	167.1/131.1	5.75	12	14	21
		167.1/105.0		12	21	23
氟胺酮-D ₄	226.1/113.1	226.1/113.1	6.86	17	22	29
		226.1/167.2		17	30	17
PMMA-D ₃	183.1/121.0	183.1/121.0	6.90	15	13	22
		183.1/149.1		15	28	15
芬太尼-D ₅	342.3/188.1	342.3/188.1	10.08	13	13	24
		342.3/105.1		20	20	45
去苯乙基芬太尼-D ₅	238.2/84.1	238.2/84.1	7.39	17	17	20
		238.2/56.0		28	26	30

目标物	定量离子对	定性离子对	保留时间 (min)	Q1 偏差(V)	Q3 偏差(V)	碰撞能量 (eV)
去苯乙基乙酰 芬太尼- ¹³ C ₆	225.2/84.1	225.2/84.1	6.28	16	16	19
		225.2/56.0		26	24	38
4-ANPP-D ₅	286.2/188.1	286.2/105.1	9.89	20	20	34
		286.2/188.1		11	13	19
可待因-D ₆	306.1/165.0	306.1/165.0	5.95	22	18	42
		306.1/202.1		22	23	31
美沙酮-D ₃	313.3/268.2	313.3/105.0	11.03	20	15	25
		313.3/268.2		20	20	20
曲马多-D ₃	267.2/58.1	267.2/58.1	8.00	11	24	24
		267.2/249.2		19	27	12

11.5 进样

按 11.4 仪器条件进行检测，进样顺序如下：

- a) 空白样品；
- b) 标准添加样品；
- c) 空白样品；
- d) 检材样品。

12 计算

12.1 标准曲线的制作

以标准添加样品中目标物和相应氘代内标的定量离子对峰面积比的均值为纵坐标，标准添加样品中目标物的浓度为横坐标，进行线性回归，得到线性方程，其线性相关系数 r 应大于 0.99。

12.2 计算浓度

根据检材样品中目标物和相应氘代内标的定量离子对峰面积比值，代入线性方程，用内标法计算出检材样品中目标物的浓度。目标物的峰面积应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应用生活饮用水稀释后重新测定。

12.3 计算相对相差

$$RD = |C1 - C2| / \bar{C} \times 100\%$$

RD: 相对相差 (%)；

C1、C2: 两份检材样品中目标物的浓度；

\bar{C} : 两份检材样品中目标物浓度的平均值。

13 结果评价

13.1 定性结果评价

13.1.1 阳性结果评价

在相同条件下进行样品测定时，检材样品中目标物的色谱峰保留时间与标准添加样品中目标物保留时间一致（相对误差在 $\pm 2.5\%$ 之内），目标物的定性离子对与标准添加样品一致，且离子对丰度比与标准添加样品相比，相对偏差不超过表 3 规定的范围，空白样品无干扰，则可判断检材样品中检出目标物。

13.1.2 阴性结果评价

检材样品中未出现与标准添加样品中目标物一致的色谱峰，空白样品无干扰，则阴性结果可靠。

13.2 定量结果评价

如果目标物含量的相对相差 $RD \leq 20\%$ ，定量结果可靠；如果目标物含量的相对相差 $RD > 20\%$ ，定量结果不可靠，应重新提取检材检验。

附录 A
(规范性附录)
化合物基本信息

吗啡等 21 种毒品及代谢物与可替宁及其氘代化合物的基本信息见表 A.1。

表 A.1 21 种毒品及代谢物与可替宁及其氘代化合物的基本信息

中文名称	CAS 编号	英文缩写	分子式	分子量
吗啡	57-27-2	Morphine	C ₁₇ H ₁₉ NO ₃	285.34
O ⁶ -单乙酰吗啡	2784-73-8	6-Acetylmorphine	C ₁₉ H ₂₁ NO ₄	327.37
甲基苯丙胺	7632-10-2	Methamphetamine	C ₁₀ H ₁₅ N	149.23
苯丙胺	300-62-9	Amphetamine	C ₉ H ₁₃ N	135.21
氯胺酮	1867-66-9	Ketamine	C ₁₃ H ₁₆ ClNO	237.73
去甲氯胺酮	79499-59-5	Norketamine	C ₁₂ H ₁₄ ClNO	223.70
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺	42542-10-9	MDMA	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	193.24
3,4-亚甲二氧基苯丙胺	4764-17-4	MDA	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	179.22
可卡因	50-36-2	Cocaine	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄	303.35
苯甲酰爱康宁	519-09-5	Benzoyllecgonine	C ₁₆ H ₁₉ NO ₄	289.33
可替宁	486-56-6	Cotinine	C ₁₀ H ₁₂ N ₂ O	176.21
四氢大麻酸	104874-50-2	THC-COOH	C ₂₁ H ₂₈ O ₄	344.45
甲卡西酮	5650-44-2	Methcathinone	C ₁₀ H ₁₃ NO	163.22
氟胺酮	111982-50-4	Fluoketamine	C ₁₃ H ₁₆ FNO	221.27
4-甲氧基甲基苯丙胺	3398-68-3	p-Methoxymethamphetamine (PMMA)	C ₁₁ H ₁₇ NO	179.26
芬太尼	437-38-7	Fentanyl	C ₂₂ H ₂₈ N ₂ O	336.47
去苯乙基芬太尼	1609-66-1	Norfentanyl	C ₁₄ H ₂₀ N ₂ O	232.32
去苯乙基乙酰芬太尼	22352-82-5	Noracetylfentanyl	C ₁₃ H ₁₈ N ₂ O	218.29
4-苯胺基-N-苯乙基哌啶	21409-26-7	4-Aminophenyl-N-phenethyl piperidine (4-ANPP)	C ₁₉ H ₂₄ N ₂	280.41
可待因	76-57-3	Codeine	C ₁₈ H ₂₁ NO ₃	299.36
美沙酮	76-99-3	Methadone	C ₂₁ H ₂₇ NO	309.45
曲马多	27203-92-5	Tramadol	C ₁₆ H ₂₅ NO ₂	263.37
吗啡-D ₃	67293-88-3	Morphine-D ₃	C ₁₇ H ₁₆ D ₃ NO ₃	288.36
O ⁶ -单乙酰吗啡-D ₃	136765-25-8	6-Acetylmorphine-D ₃	C ₁₉ H ₁₈ D ₃ NO ₄	330.39
甲基苯丙胺-D ₅	60124-88-1	Methamphetamine-D ₅	C ₁₀ H ₁₀ D ₅ N	154.26
苯丙胺-D ₅	136765-27-0	Amphetamine-D ₅	C ₉ H ₈ D ₅ N	140.24
氯胺酮-D ₄	1246815-97-3	Ketamine-D ₄	C ₁₃ H ₁₂ D ₄ ClNO	241.75
去甲氯胺酮-D ₄	-	Norketamine-D ₄	C ₁₂ H ₁₀ ClD ₄ NO	227.72
MDMA-D ₅	136765-43-0	MDMA-D ₅	C ₁₁ H ₁₀ D ₅ NO ₂	198.27
3,4-亚甲二氧基苯丙胺-D ₅	136765-42-9	MDA-D ₅	C ₁₀ H ₈ D ₅ NO ₂	184.25

可卡因-D ₃	138704-14-0	Cocaine-D ₃	C ₁₇ H ₁₈ D ₃ NO ₄	306.37
苯甲酰爱康宁-D ₃	115732-68-8	Benzoylcgonine-D ₃	C ₁₆ H ₁₆ D ₃ NO ₄	292.34
可替宁-D ₃	110952-70-0	Cotinine-D ₃	C ₁₀ H ₉ D ₃ N ₂ O	179.23
四氢大麻酸-D ₃	136844-96-7	THC-COOH-D ₃	C ₂₁ H ₂₅ D ₃ O ₄	347.46
甲卡西酮-D ₃	-	Methcathinone-D ₃	C ₁₀ H ₁₀ D ₃ NO	166.22
氟胺酮-D ₄	-	Fluoketamine-D ₄	C ₁₃ H ₁₆ D ₄ FNO	225.27
PMMA-D ₃	-	p-Methoxymethamphetamine -D ₃	C ₁₁ H ₁₄ D ₃ NO	182.26
芬太尼-D ₅	118357-29-2	Fentanyl-D ₅	C ₂₂ H ₂₃ D ₅ N ₂ O	341.50
去苯乙基芬太尼-D ₅	1435933-84-8	Norfentanyl-D ₅	C ₁₄ H ₁₅ D ₅ N ₂ O	237.32
去苯乙基乙酰芬太尼 - ¹³ C ₆	-	AcetylNorfentanyl-C ₆	C ₇ ¹³ C ₆ H ₁₈ N ₂ O	224.29
4-ANPP-D ₅	1189466-15-6	4-ANPP-D ₅	C ₁₉ H ₁₉ D ₅ N ₂	285.44
可待因-D ₆	1007844-34-9	Codeine-D ₆	C ₁₈ H ₁₅ D ₆ NO ₃	305.40
美沙酮-D ₃	60263-63-0	Methadone-D ₃	C ₂₁ H ₂₄ D ₃ NO	312.46
曲马多-D ₃	1261398-09-7	Tramadol-D ₃	C ₁₆ H ₂₂ D ₃ NO ₂	266.37

附录 B
 (资料性附录)
 离线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法参考谱图

水样中 22 种目标物及其氘代化合物在 6.4 测定条件下得到的 MRM 色谱图见 B.1-B.44

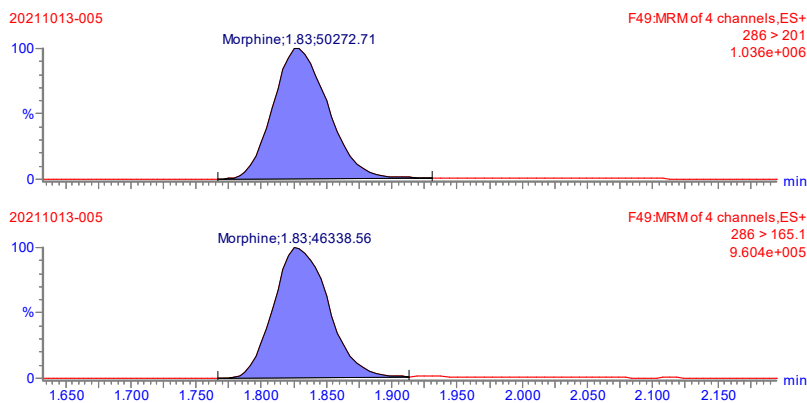


图 B.1 离线固相萃取法中吗啡的 MRM 色谱图

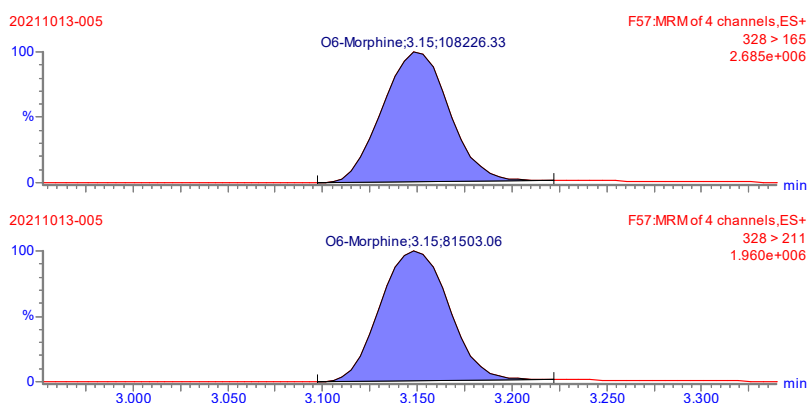


图 B.2 离线固相萃取法中 O⁶-单乙酰吗啡的 MRM 色谱图

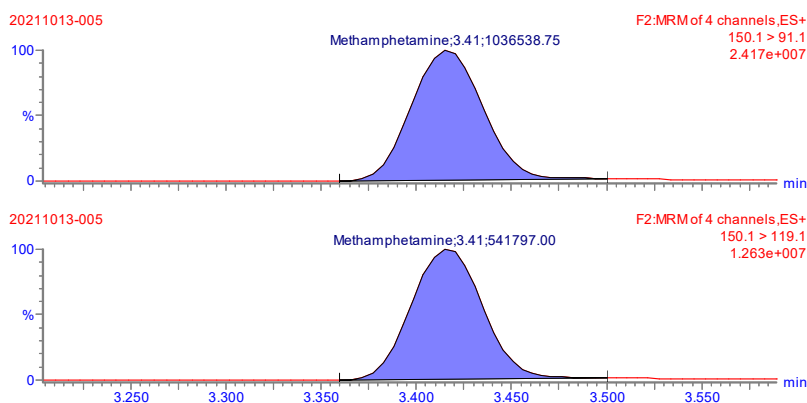


图 B.3 离线固相萃取法中甲基苯丙胺的 MRM 色谱图

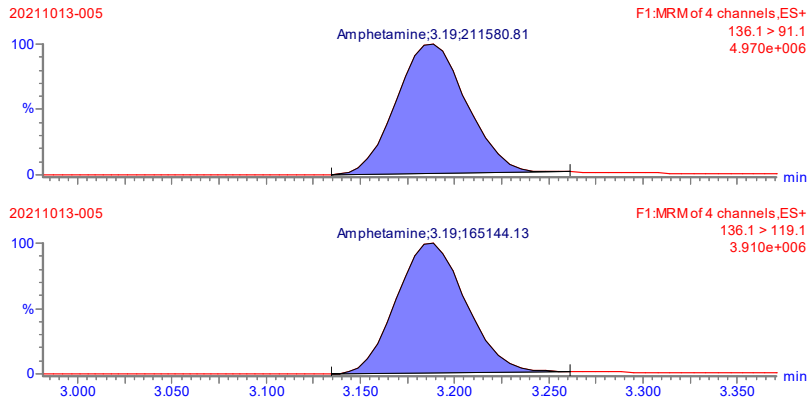


图 B.4 离线固相萃取法中苯丙胺的 MRM 色谱图

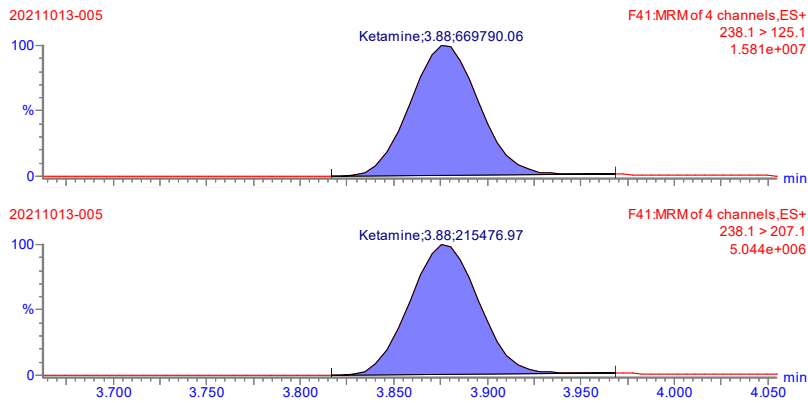


图 B.5 离线固相萃取法中氯胺酮的 MRM 色谱图

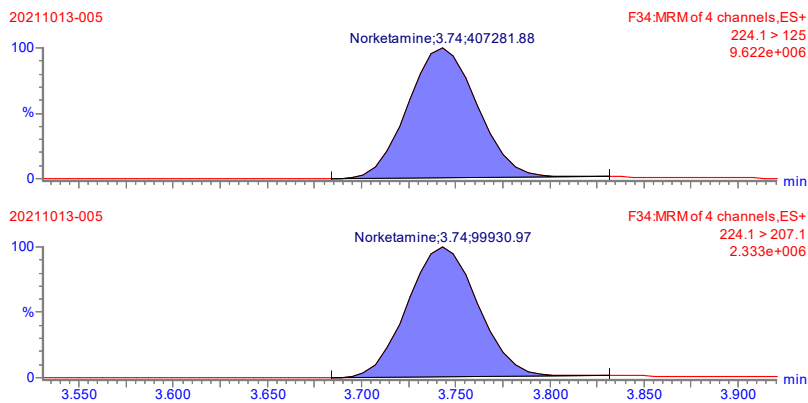


图 B.6 离线固相萃取法中去甲氯胺酮的 MRM 色谱图

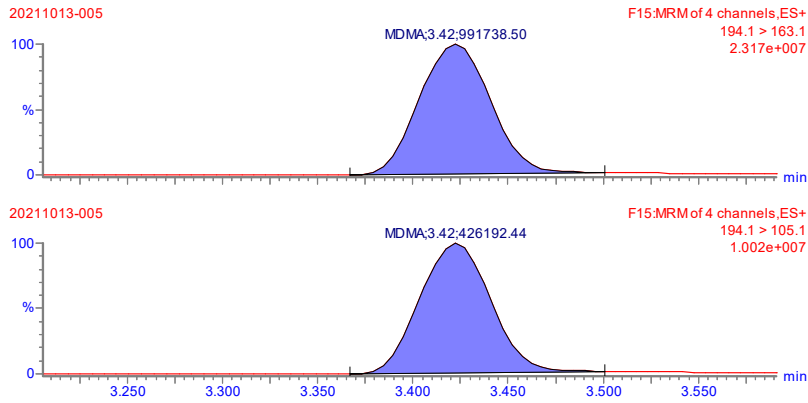


图 B.7 离线固相萃取法中 MDMA 的 MRM 色谱图

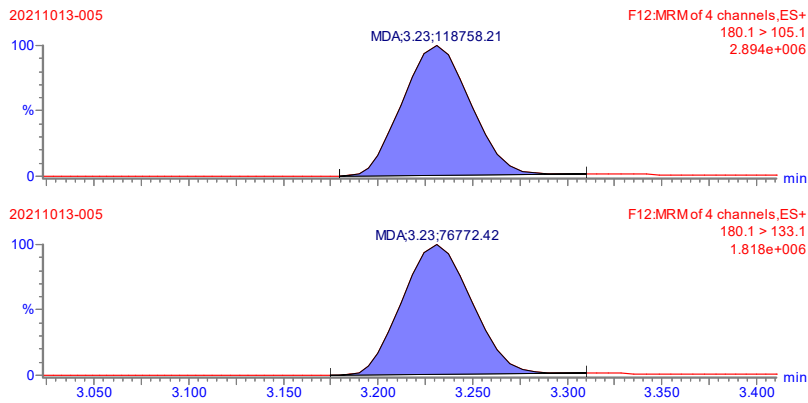


图 B.8 离线固相萃取法中 MDA 的 MRM 色谱图

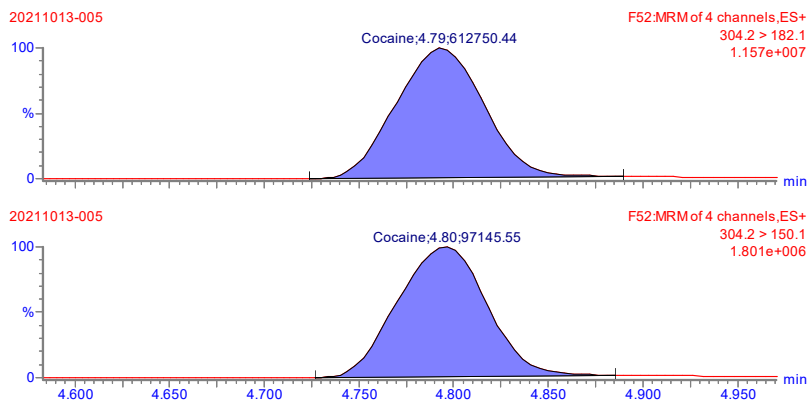


图 B.9 离线固相萃取法中可卡因的 MRM 色谱图

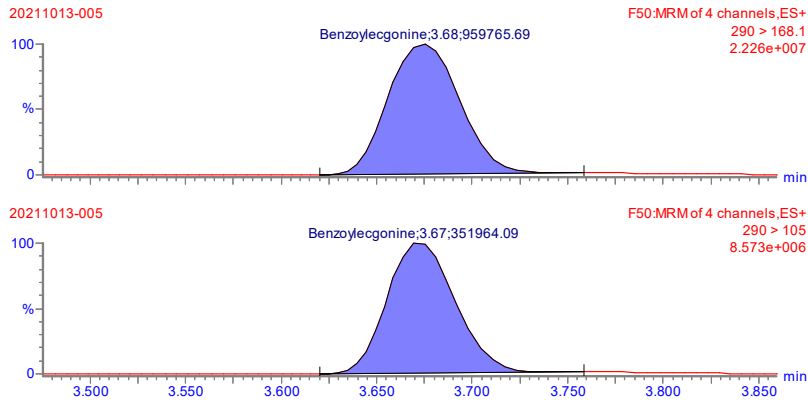


图 B.10 离线固相萃取法中苯甲酰爱康宁的 MRM 色谱图

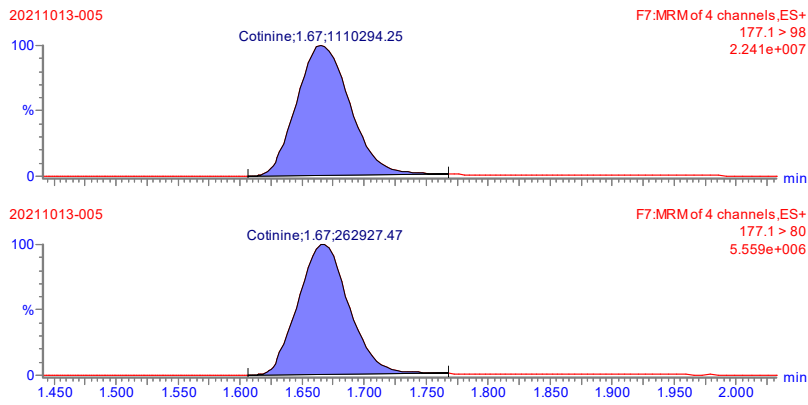


图 B.11 离线固相萃取法中可替宁的 MRM 色谱图

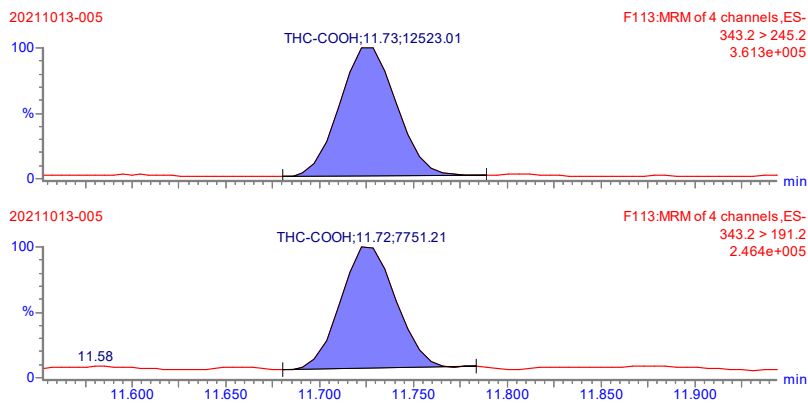


图 B.12 离线固相萃取法中四氢大麻酸的 MRM 色谱图

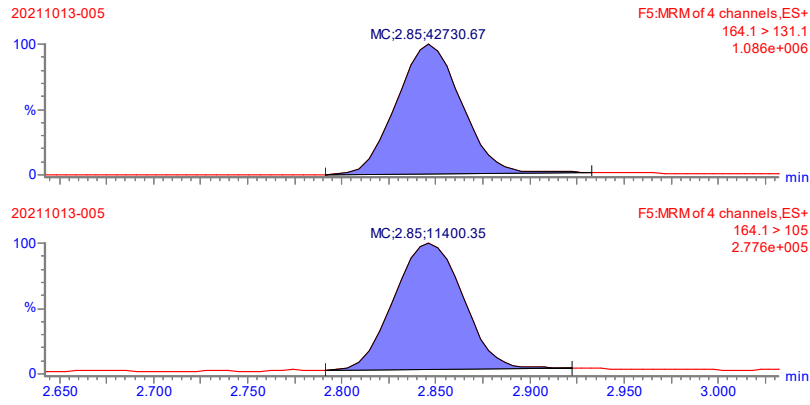


图 B.13 离线固相萃取法中甲卡西酮的 MRM 色谱图

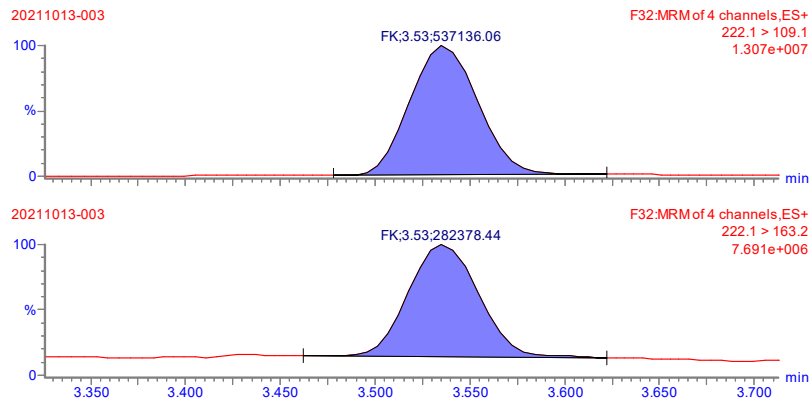


图 B.14 离线固相萃取法中氟胺酮的 MRM 色谱图

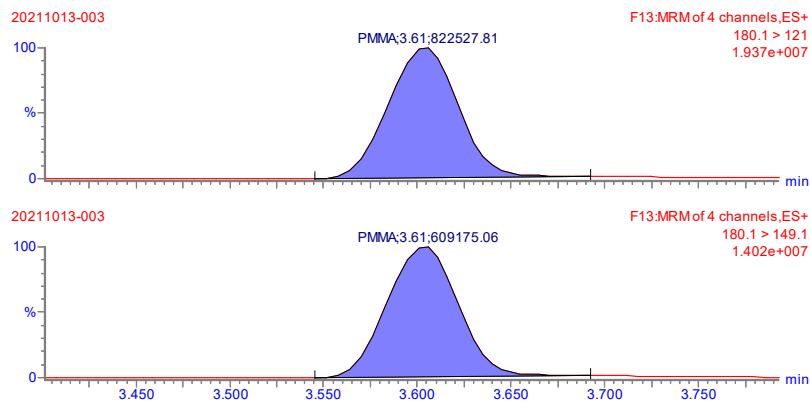


图 B.15 离线固相萃取法中 PMMA 的 MRM 色谱图

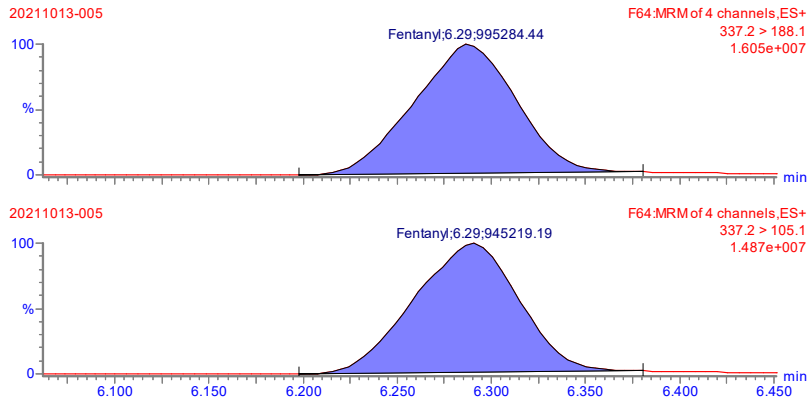


图 B.16 离线固相萃取法中芬太尼的 MRM 色谱图

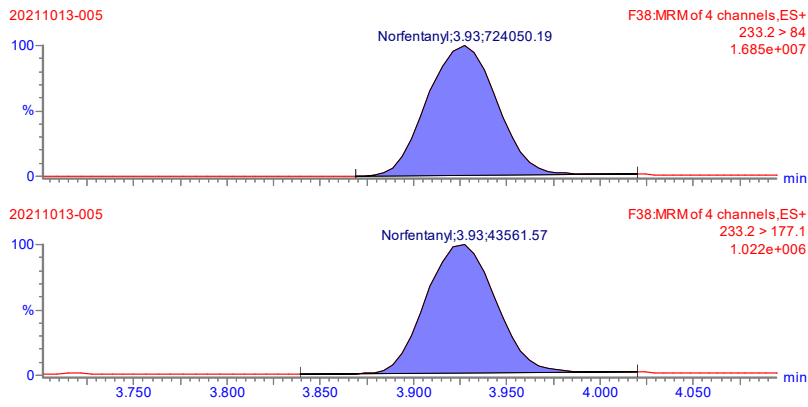


图 B.17 离线固相萃取法中去苯乙基芬太尼的 MRM 色谱图

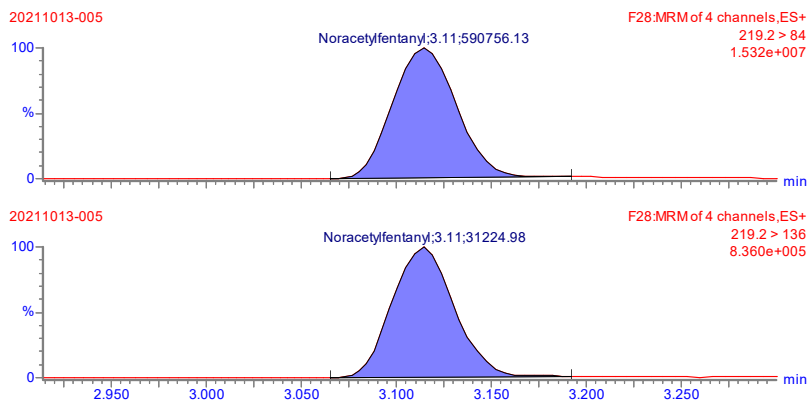


图 B.18 离线固相萃取法中去苯乙酰芬太尼的 MRM 色谱图

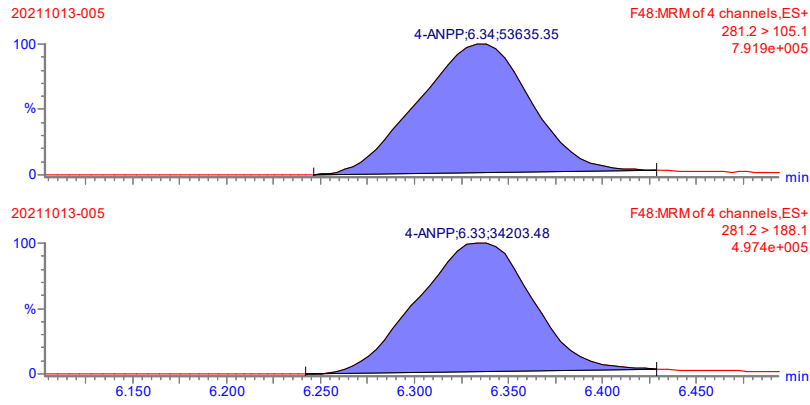


图 B.19 离线固相萃取法中 4-ANPP 的 MRM 色谱图

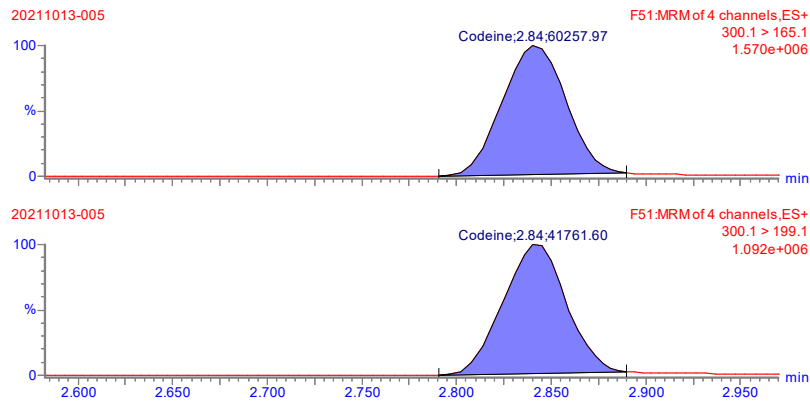


图 B.20 离线固相萃取法中可待因的 MRM 色谱图

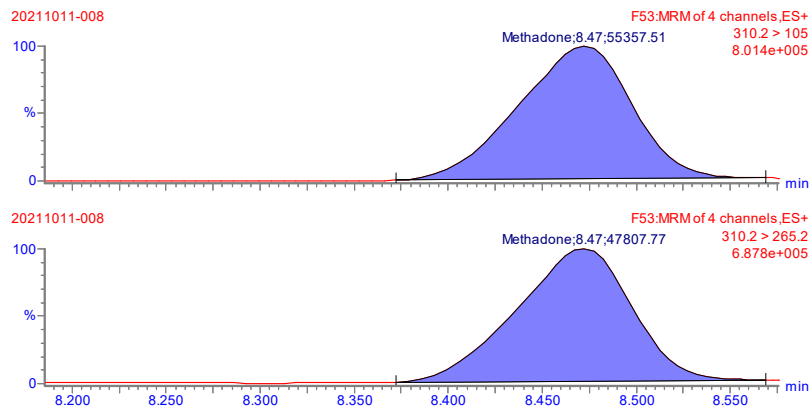


图 B.21 离线固相萃取法中美沙酮的 MRM 色谱图

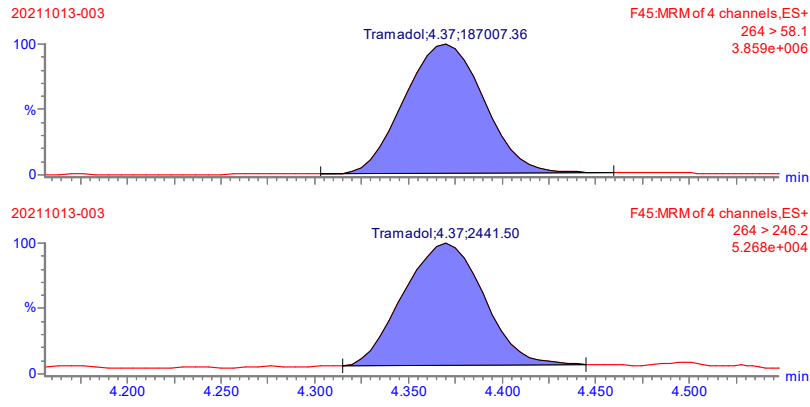


图 B.22 离线固相萃取法中曲马多的 MRM 色谱图

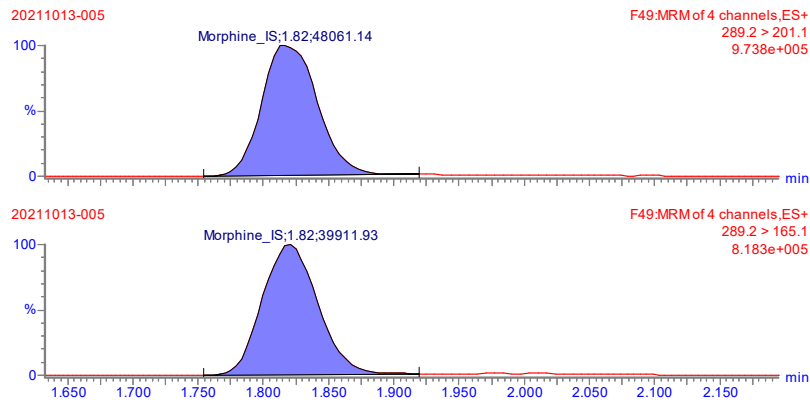


图 B.23 离线固相萃取法中吗啡-D₃的 MRM 色谱图

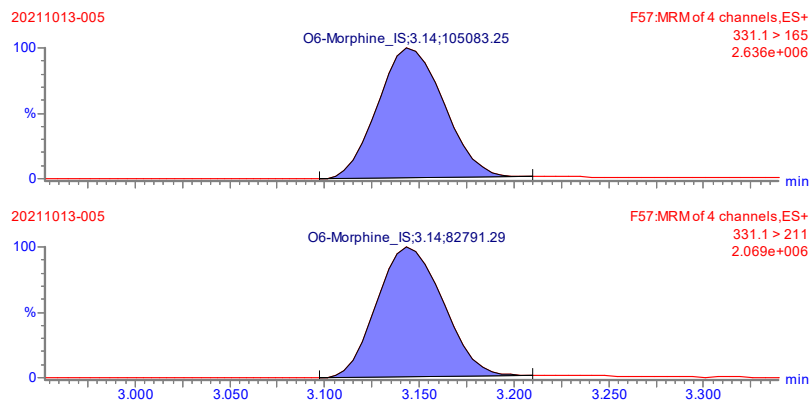


图 B.24 离线固相萃取法中 O⁶-单乙酰吗啡-D₃的 MRM 色谱图

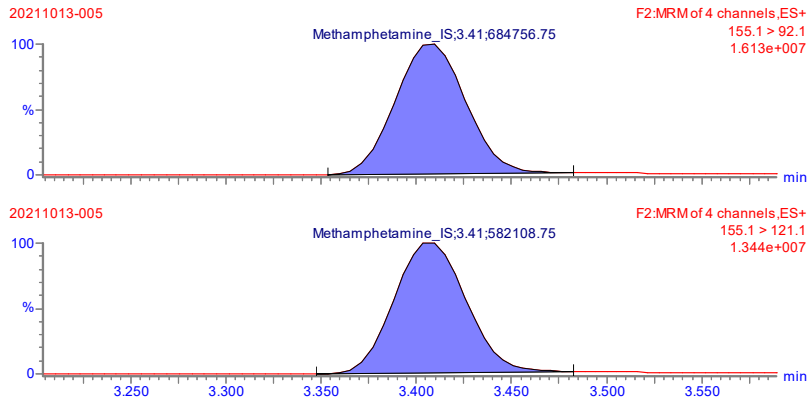


图 B.25 离线固相萃取法中甲基苯丙胺-D₅的 MRM 色谱图

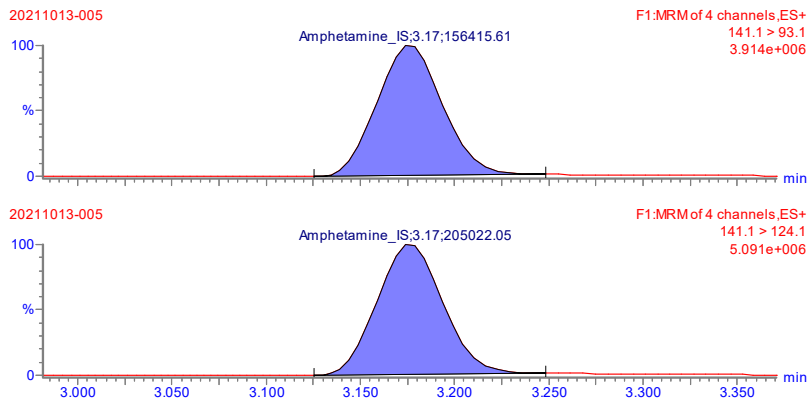


图 B.26 离线固相萃取法中苯丙胺-D₅的 MRM 色谱图

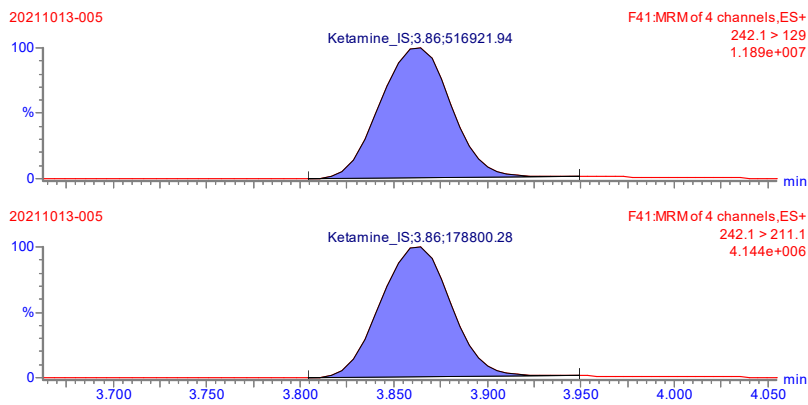


图 B.27 离线固相萃取法中氯胺酮-D₄的 MRM 色谱图

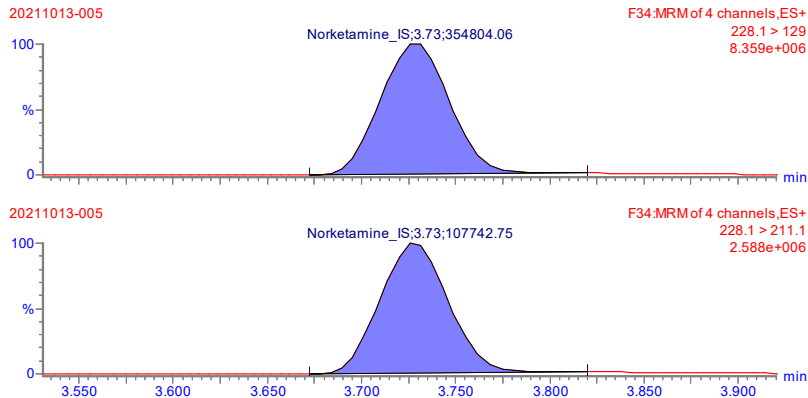


图 B.28 离线固相萃取法中去甲氯胺酮-D₄的 MRM 色谱图

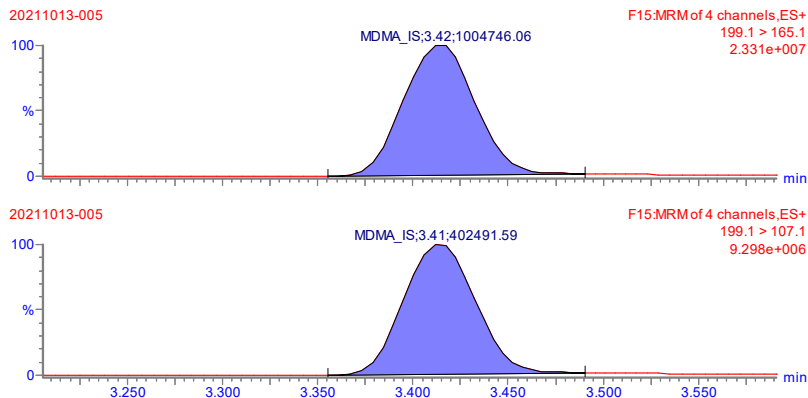


图 B.29 离线固相萃取法中 MDMA-D₅的 MRM 色谱图

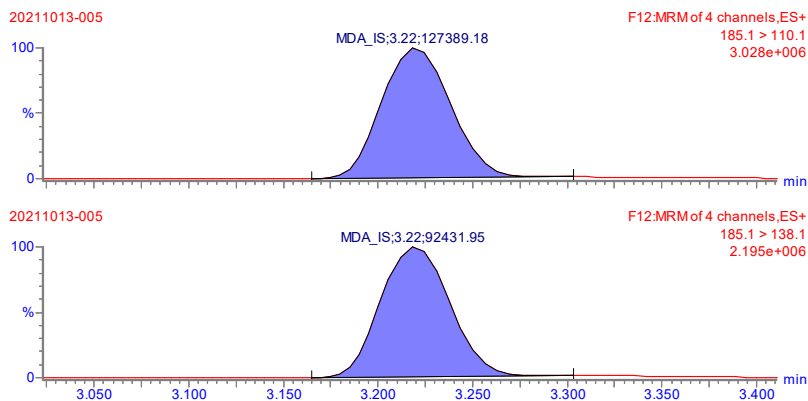


图 B.30 离线固相萃取法中 MDA-D₅的 MRM 色谱图

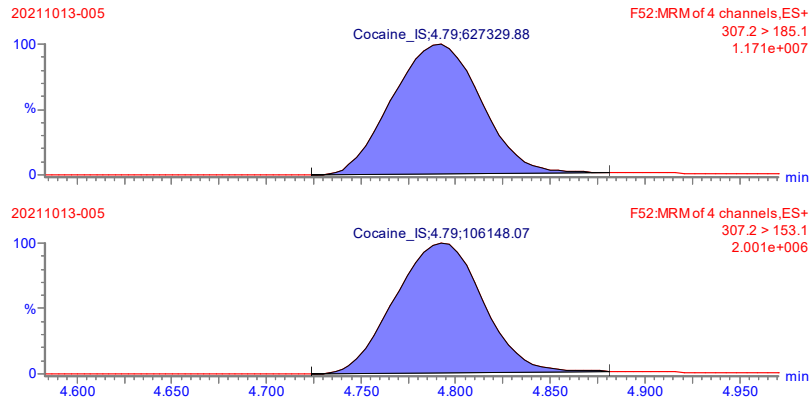


图 B.31 离线固相萃取法中可卡因-D₃的 MRM 色谱图

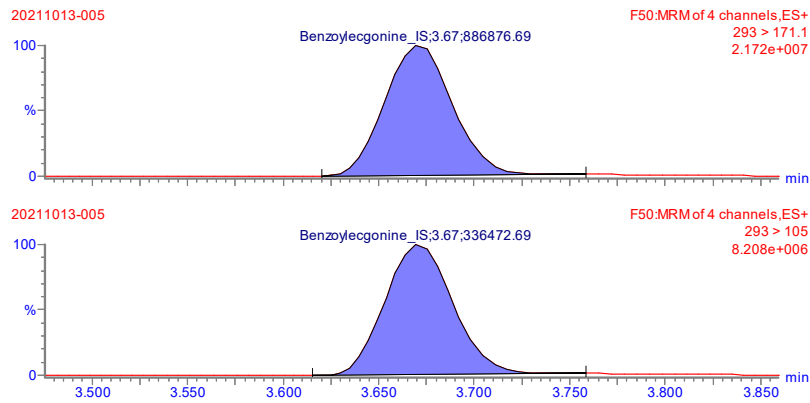


图 B.32 离线固相萃取法中苯甲酰爱康宁-D₃的 MRM 色谱图

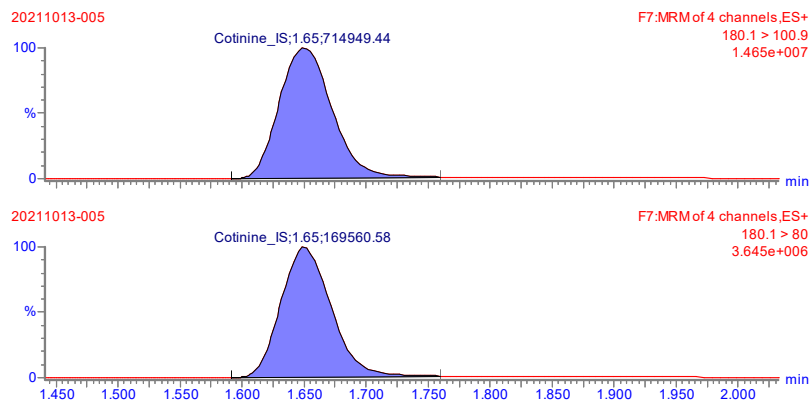


图 B.33 离线固相萃取法中可替宁-D₃的 MRM 色谱图

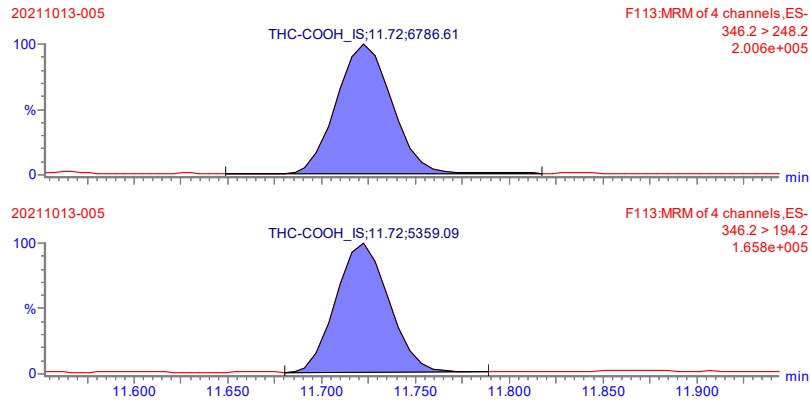


图 B.34 离线固相萃取法中四氢大麻酸-D₃ 的 MRM 色谱图

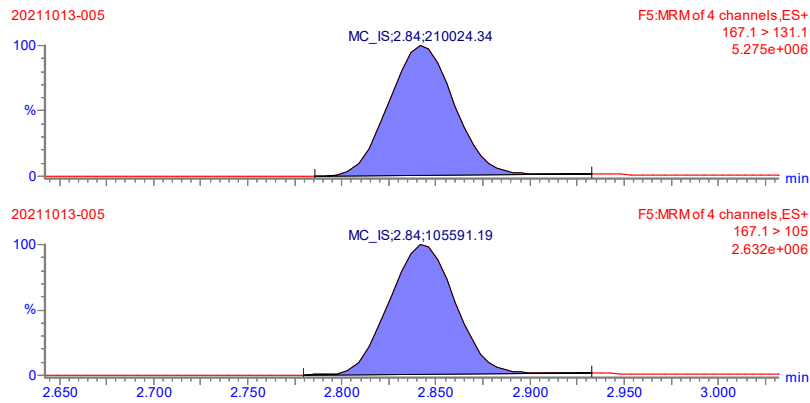


图 B.35 离线固相萃取法中甲卡西酮-D₃ 的 MRM 色谱图

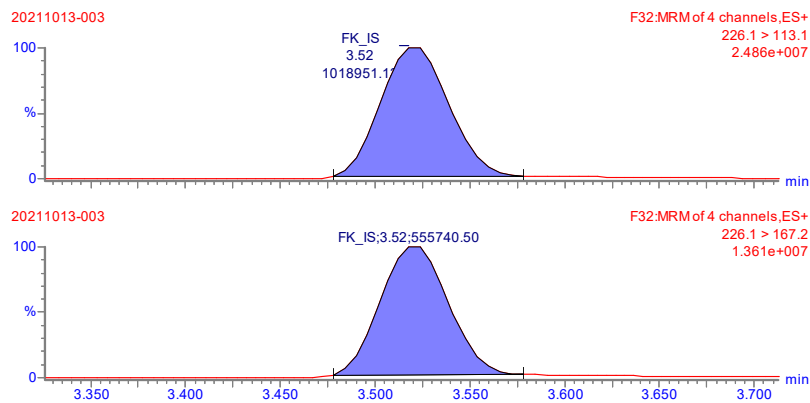


图 B.36 离线固相萃取法中氟胺酮-D₄ 的 MRM 色谱图

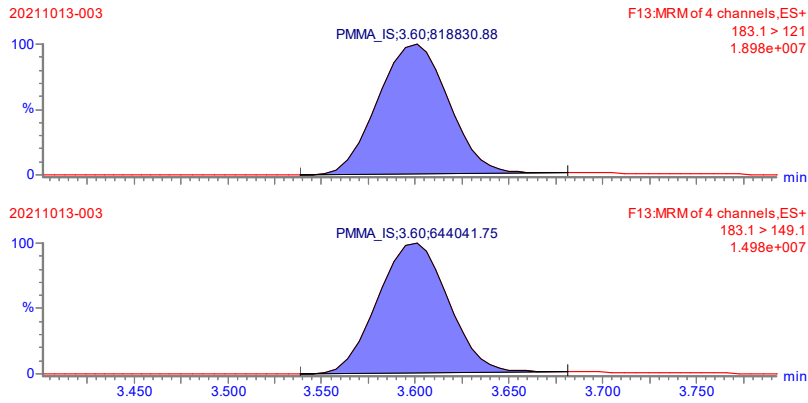


图 B.37 离线固相萃取法中 PMMA-D₃ 的 MRM 色谱图

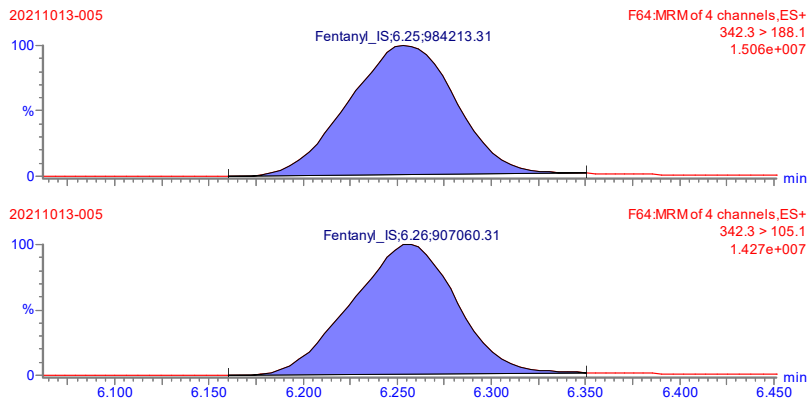


图 B.38 离线固相萃取法中芬太尼-D₅ 的 MRM 色谱图

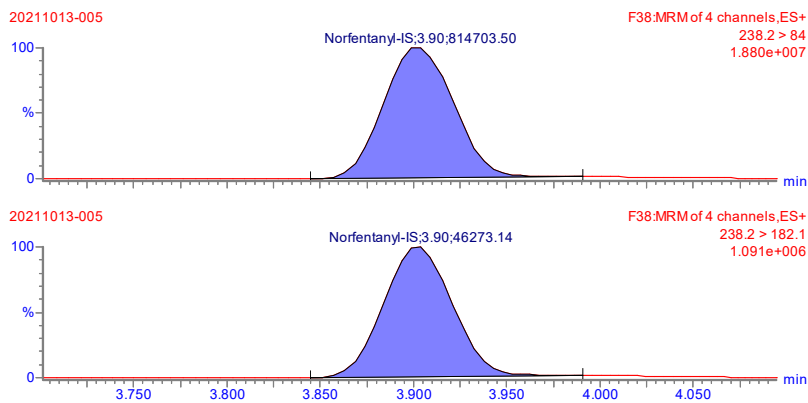


图 B.39 离线固相萃取法中去苯乙基芬太尼-D₅ 的 MRM 色谱图

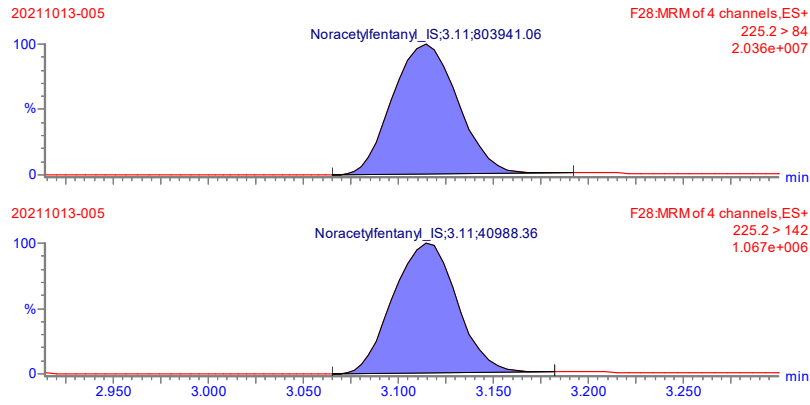


图 B.40 离线固相萃取法中去苯乙基乙酰芬太尼-¹³C₆的 MRM 色谱图

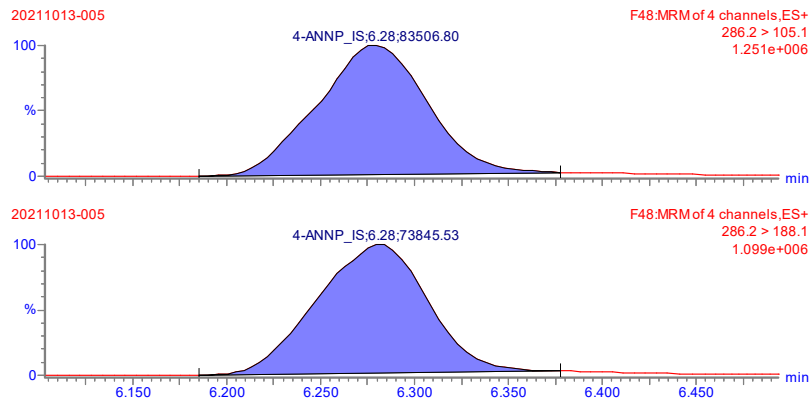


图 B.41 离线固相萃取法中 4-ANPP-D₅ 的 MRM 色谱图

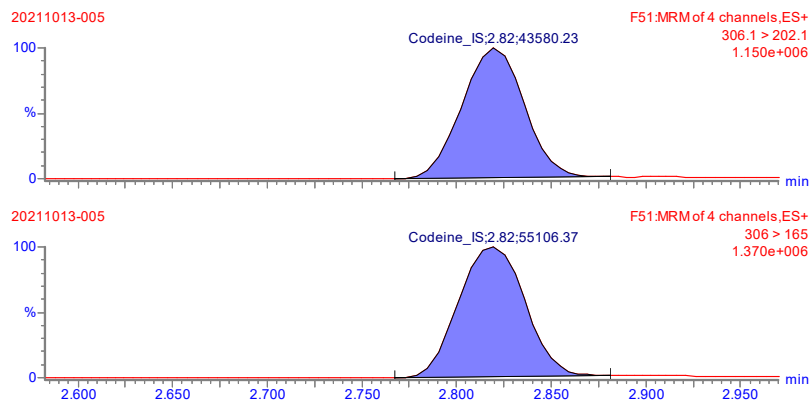


图 B.42 离线固相萃取法中可待因-D₆的 MRM 色谱图

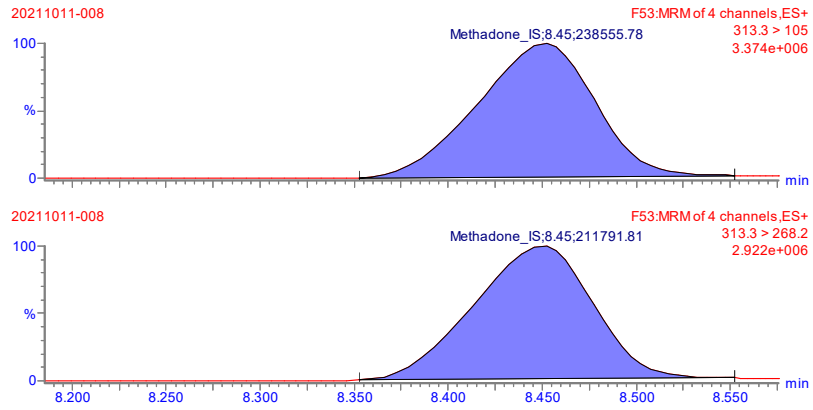


图 B.43 离线固相萃取法中美沙酮-D₃的 MRM 色谱图

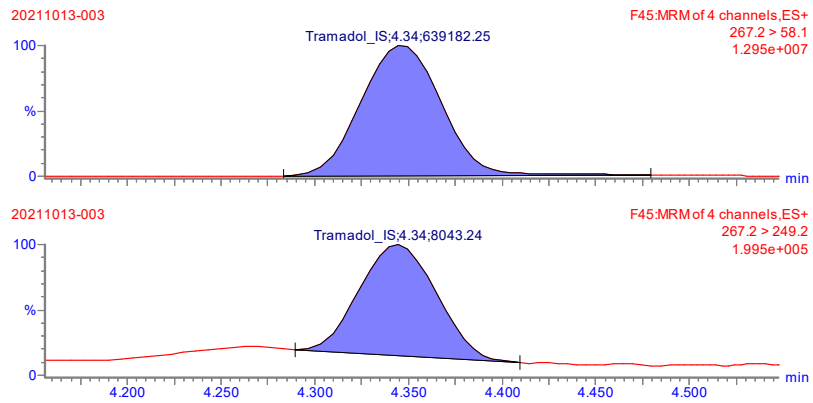


图 B.44 离线固相萃取法中曲马多-D₃的 MRM 色谱图

附录 C
 (资料性附录)
 在线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法参考谱图

水样中 22 种目标物及其氘代化合物在 11.4 测定条件下得到的 MRM 色谱图见 C.1-C.44。

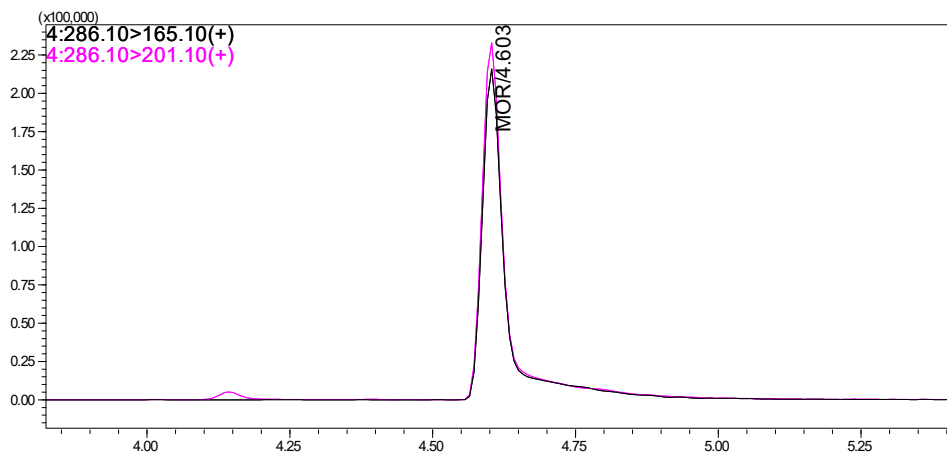


图 C.1 在线固相萃取法中吗啡的 MRM 色谱图

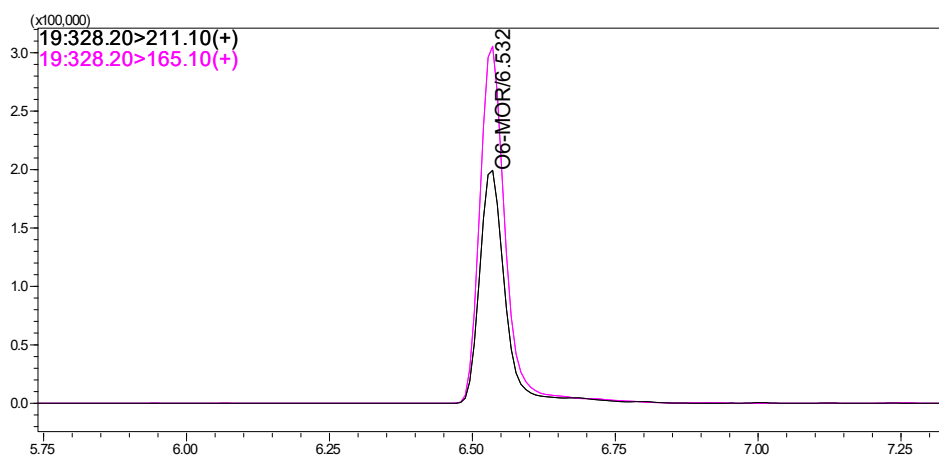


图 C.2 在线固相萃取法中 O⁶-单乙酰吗啡的 MRM 色谱图

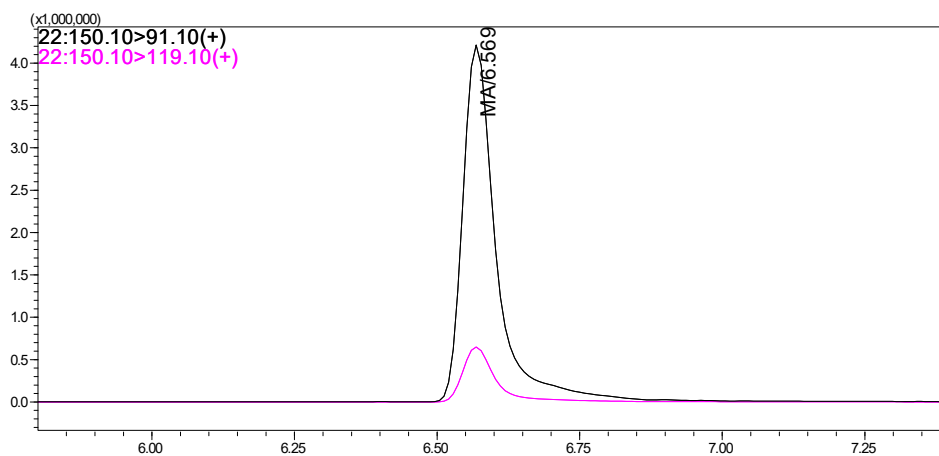


图 C.3 在线固相萃取法中甲基苯丙胺的 MRM 色谱图

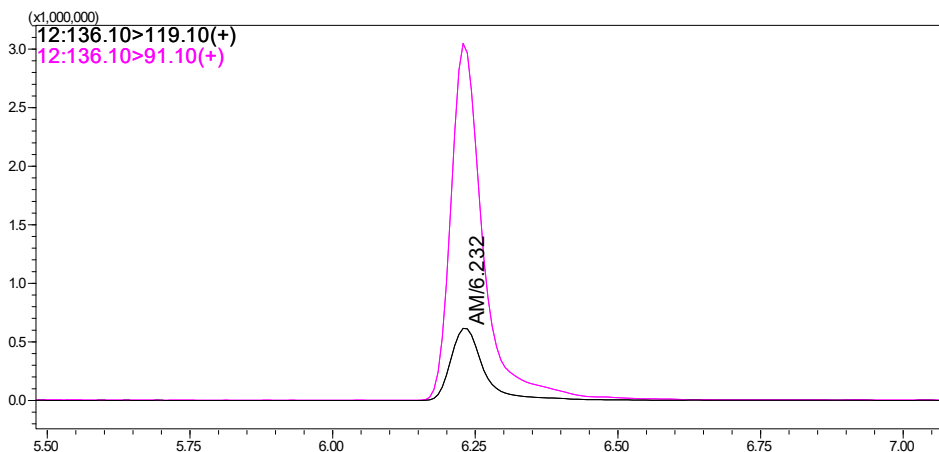


图 C.4 在线固相萃取法中苯丙胺的 MRM 色谱图

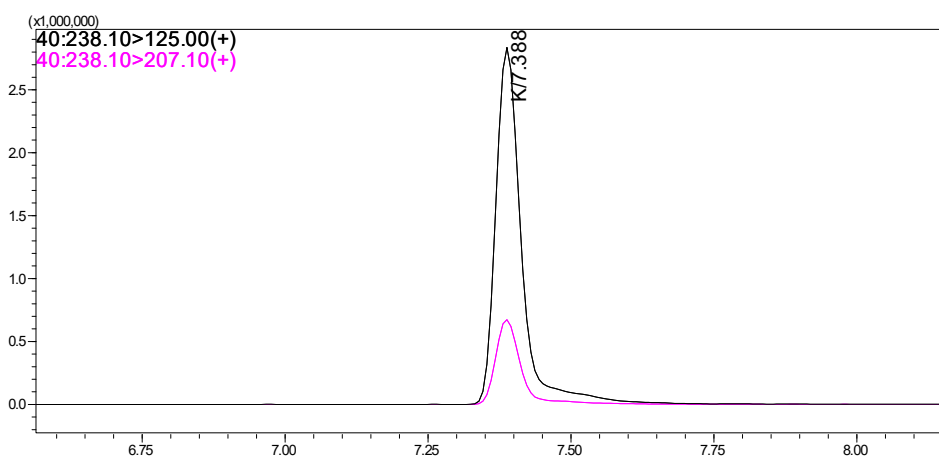


图 C.5 在线固相萃取法中氯胺酮的 MRM 色谱图

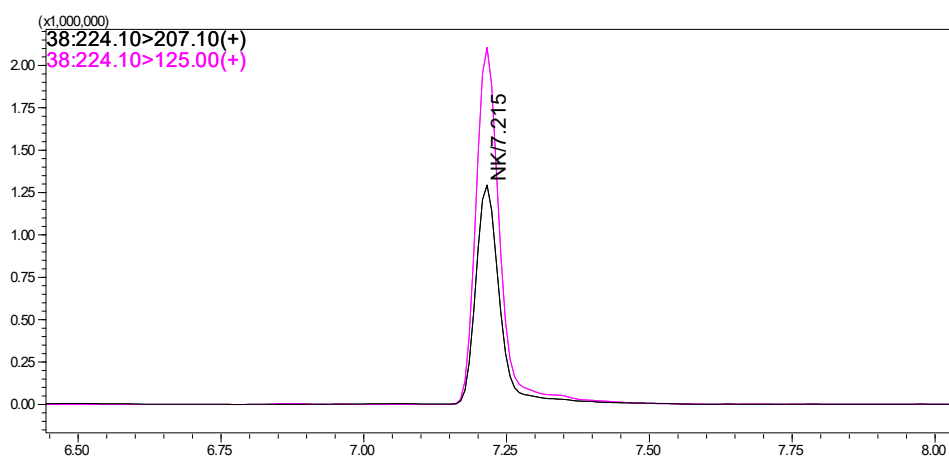


图 C.6 在线固相萃取法中去甲氯胺酮的 MRM 色谱图

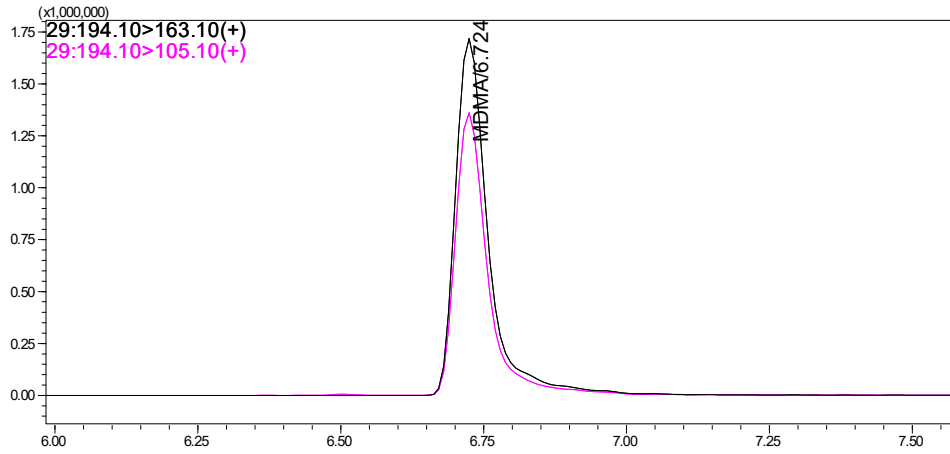


图 C.7 在线固相萃取法中 MDMA 的 MRM 色谱图

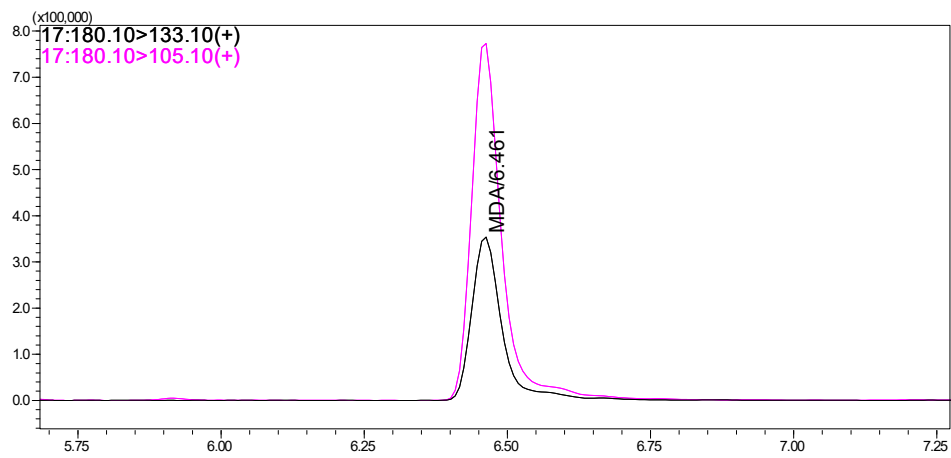


图 C.8 在线固相萃取法中 MDA 的 MRM 色谱图

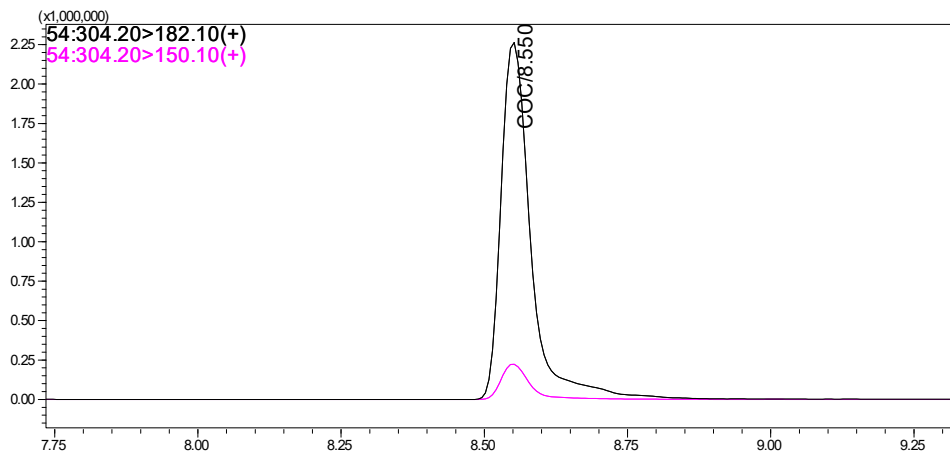


图 C.9 在线固相萃取法中可卡因的 MRM 色谱图

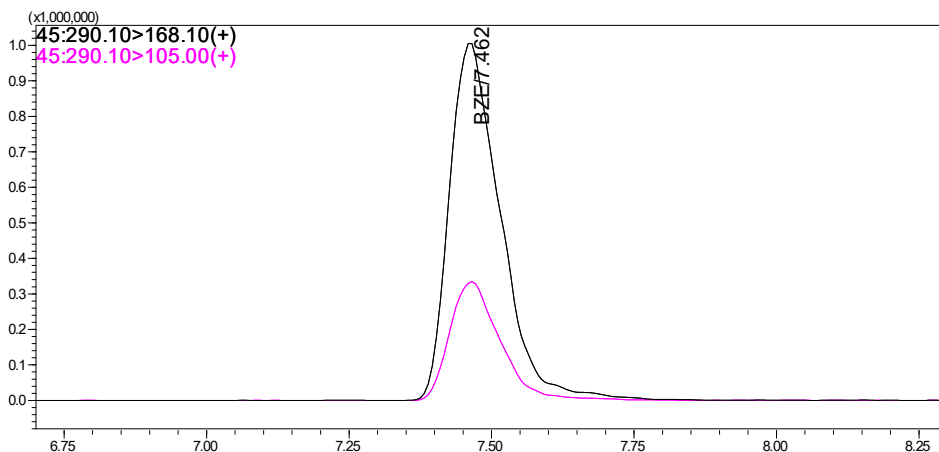


图 C.10 在线固相萃取法中苯甲酰爱康宁的 MRM 色谱图

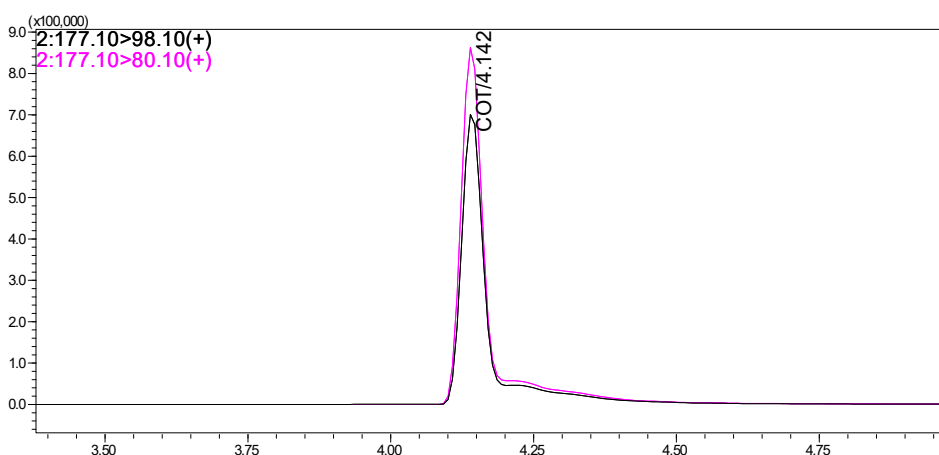


图 C.11 在线固相萃取法中可替宁的 MRM 色谱图

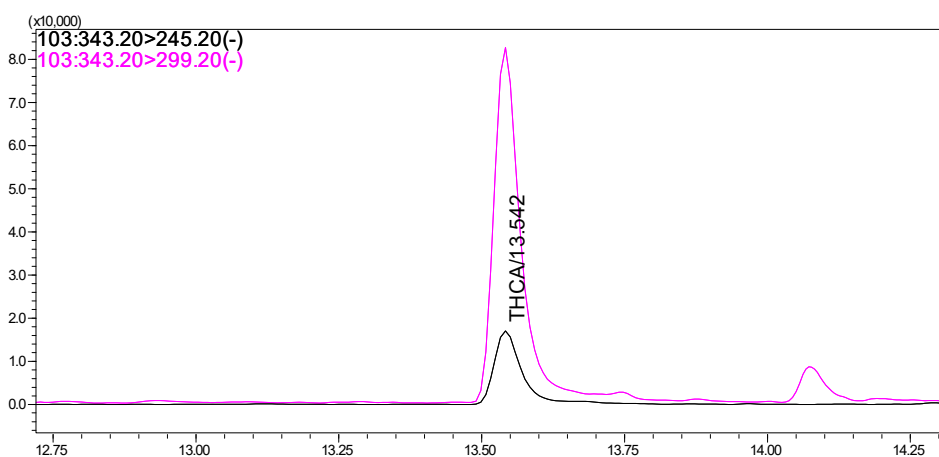


图 C.12 在线固相萃取法中四氢大麻酸的 MRM 色谱图

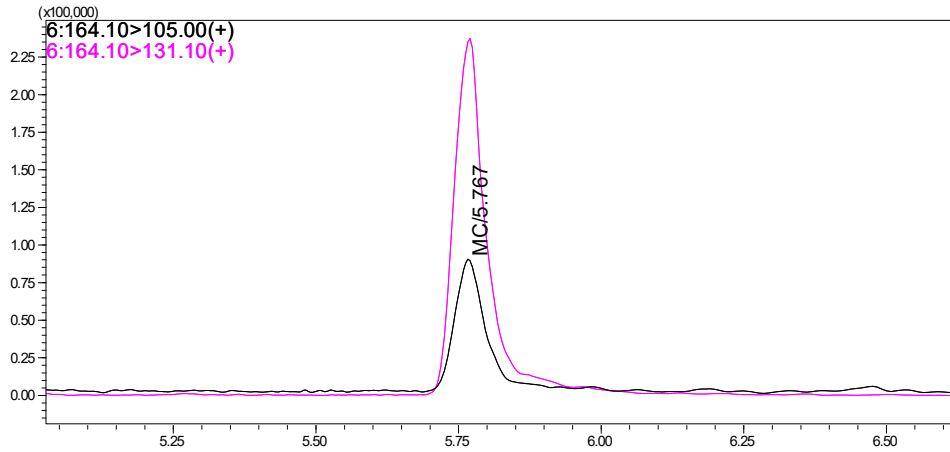


图 C.13 在线固相萃取法中甲卡西酮的 MRM 色谱图

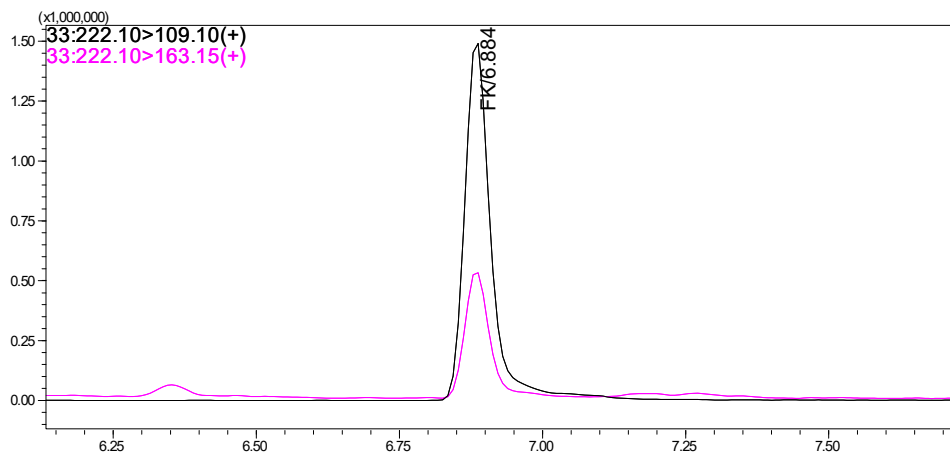


图 C.14 在线固相萃取法中氟胺酮的 MRM 色谱图

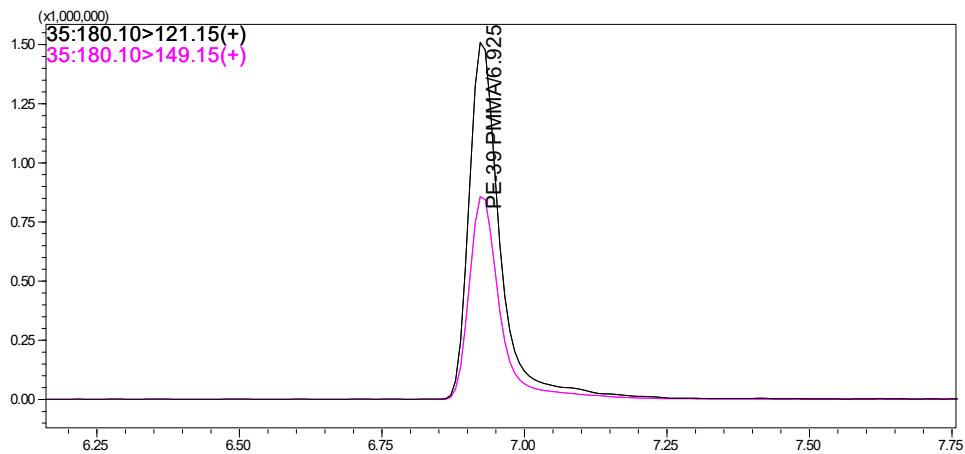


图 C.15 在线固相萃取法中 PMMA 的 MRM 色谱图

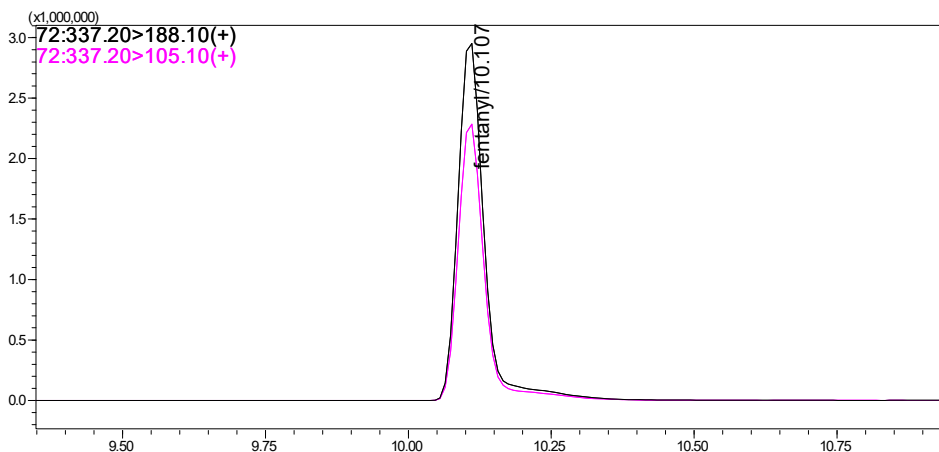


图 C.16 在线固相萃取法中芬太尼的 MRM 色谱图

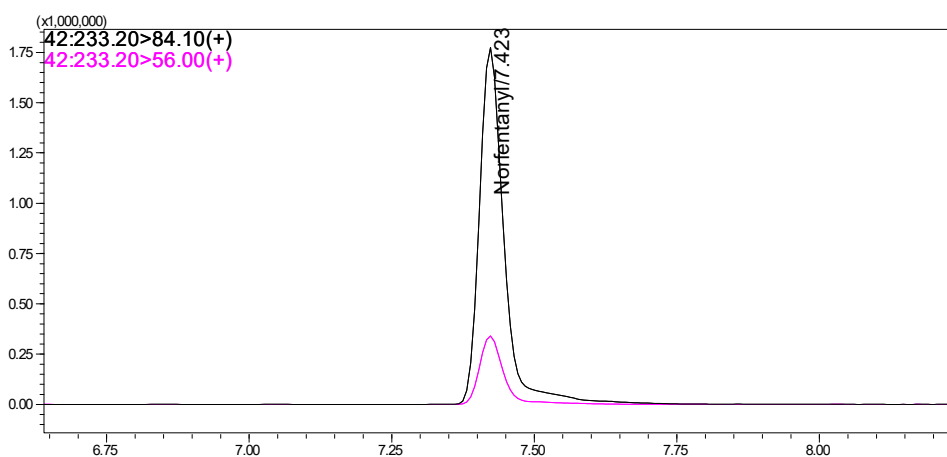


图 C.17 在线固相萃取法中去苯乙基芬太尼的 MRM 色谱图

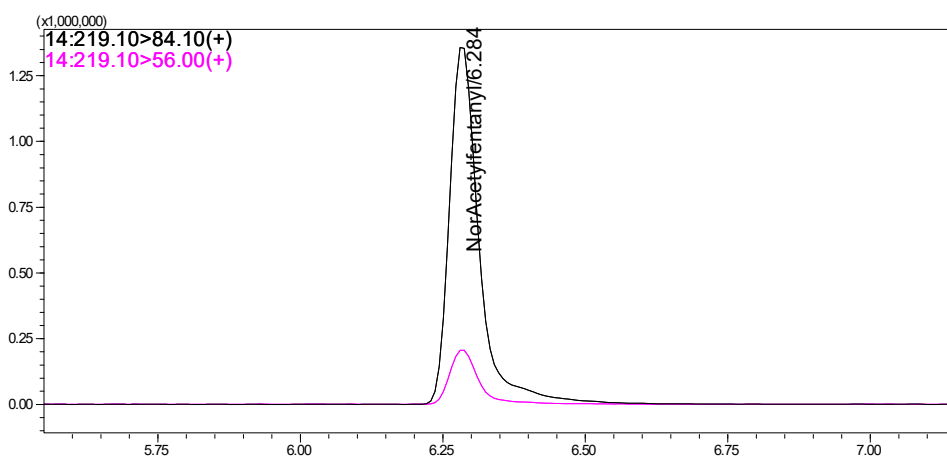


图 C.18 在线固相萃取法中去苯乙酰芬太尼的 MRM 色谱图

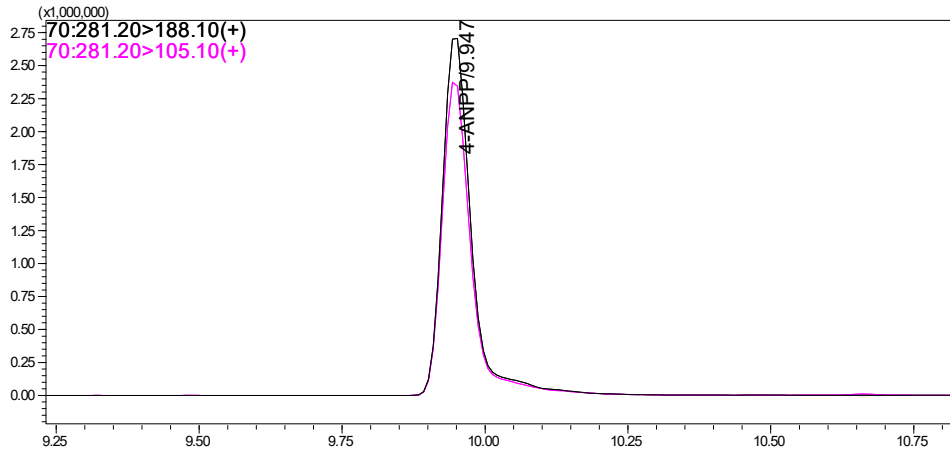


图 C.19 在线固相萃取法中 4-ANPP 的 MRM 色谱图

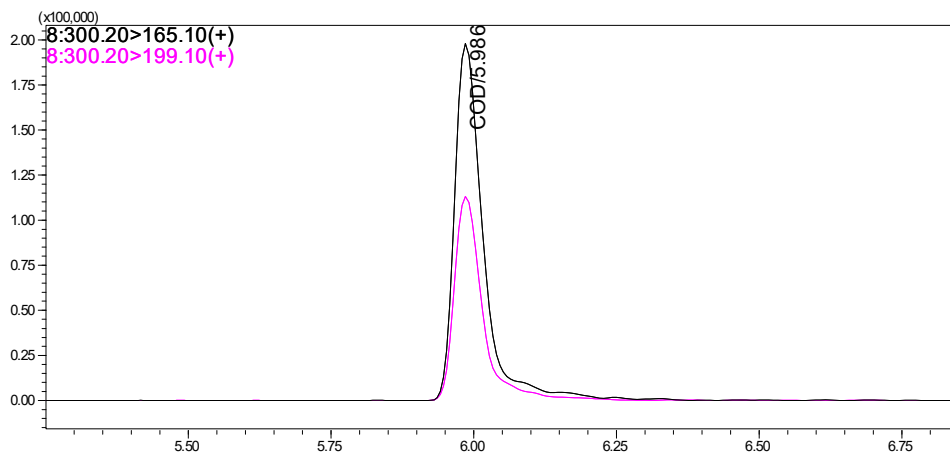


图 C.20 在线固相萃取法中可待因的 MRM 色谱图

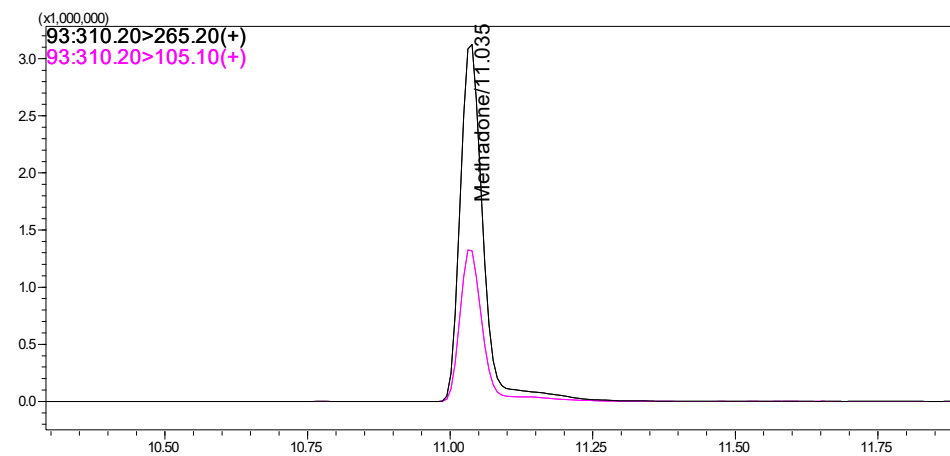


图 C.21 在线固相萃取法中美沙酮的 MRM 色谱图

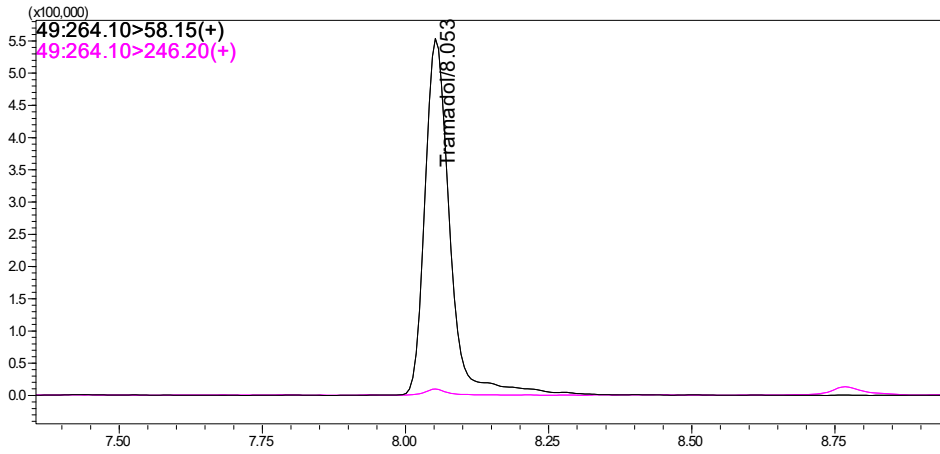


图 C.22 在线固相萃取法中曲马多的 MRM 色谱图

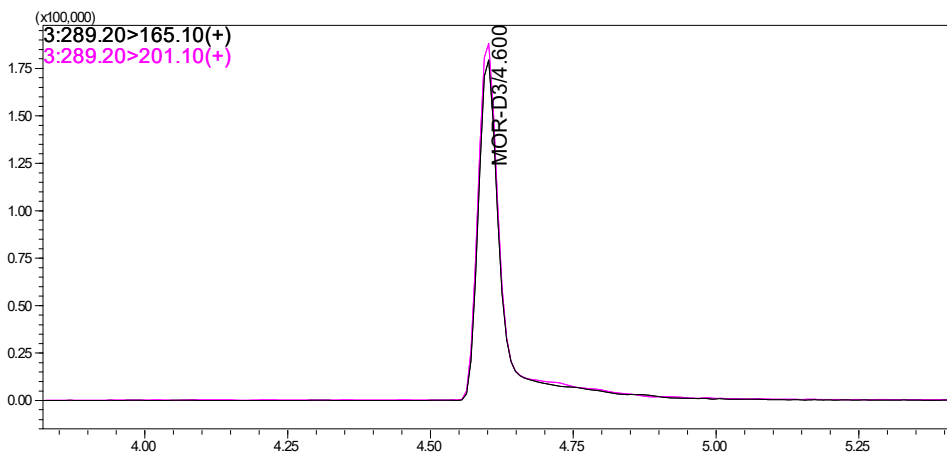


图 C.23 在线固相萃取法中吗啡-D₃ 的 MRM 色谱图

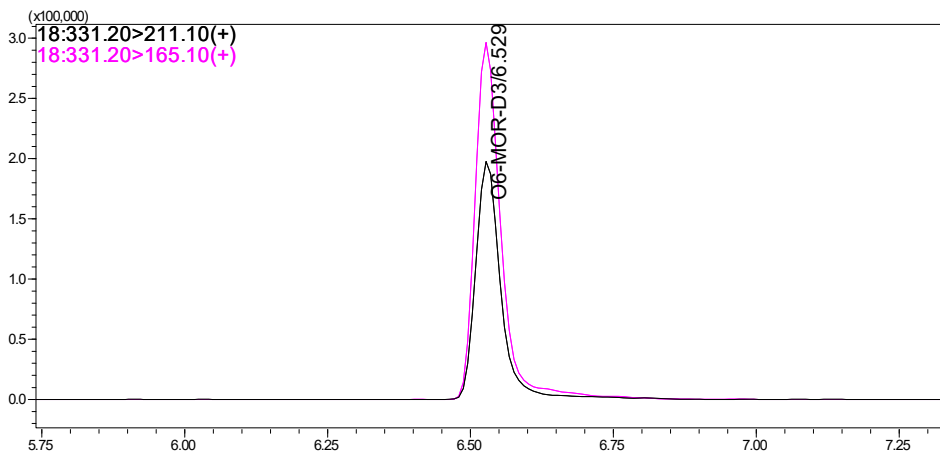


图 C.24 在线固相萃取法中 O⁶-单乙酰吗啡-D₃ 的 MRM 色谱图

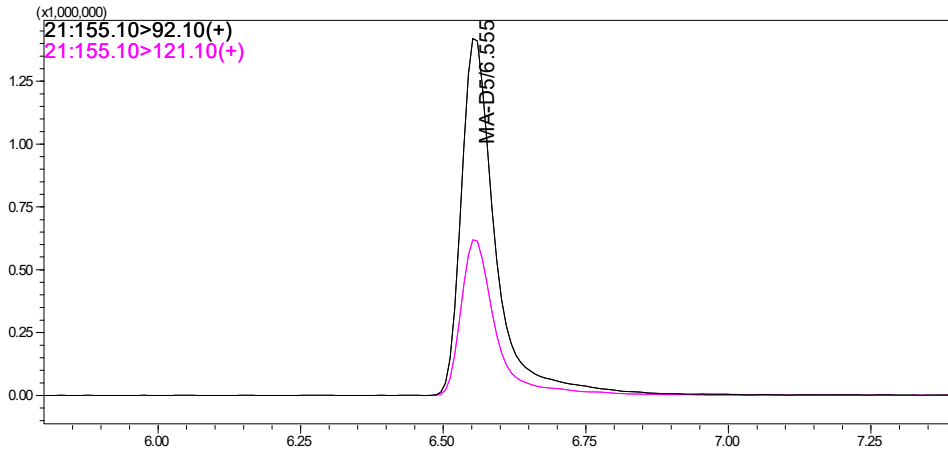


图 C.25 在线固相萃取法中甲基苯丙胺-D₅的 MRM 色谱图

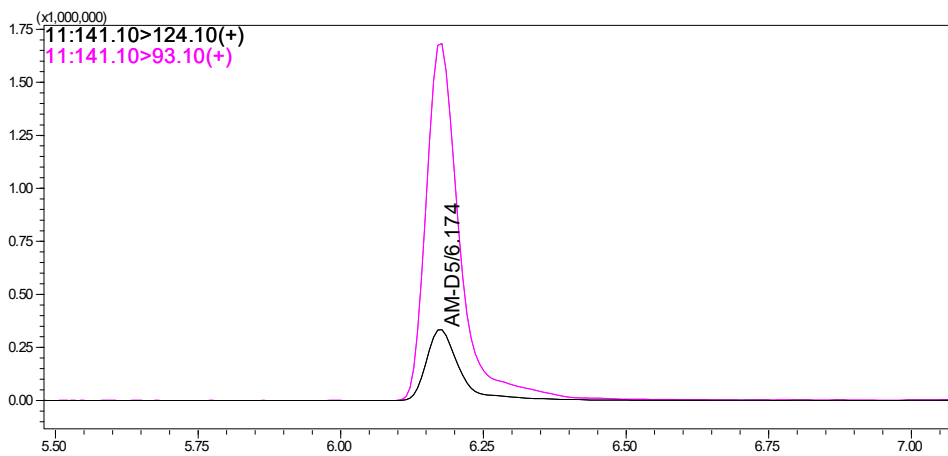


图 C.26 在线固相萃取法中苯丙胺-D₅的 MRM 色谱图

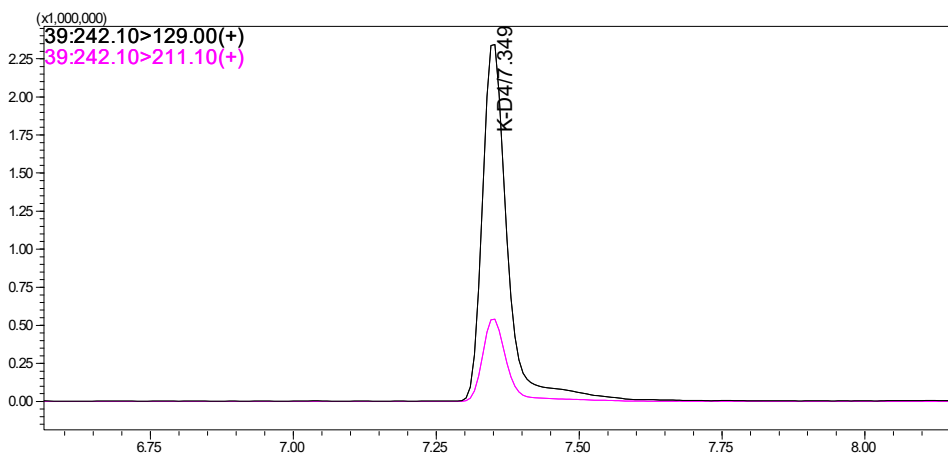


图 C.27 在线固相萃取法中氯胺酮-D₄的 MRM 色谱图

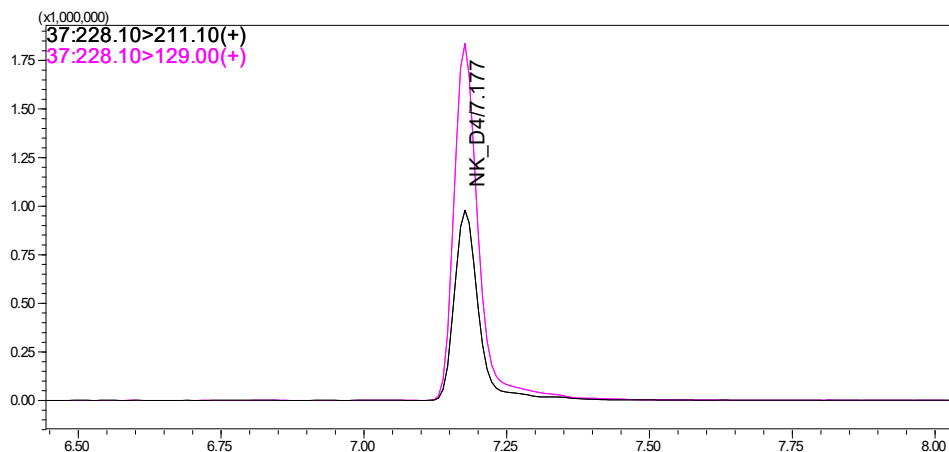


图 C.28 在线固相萃取法中去甲氯胺酮-D₄的 MRM 色谱图

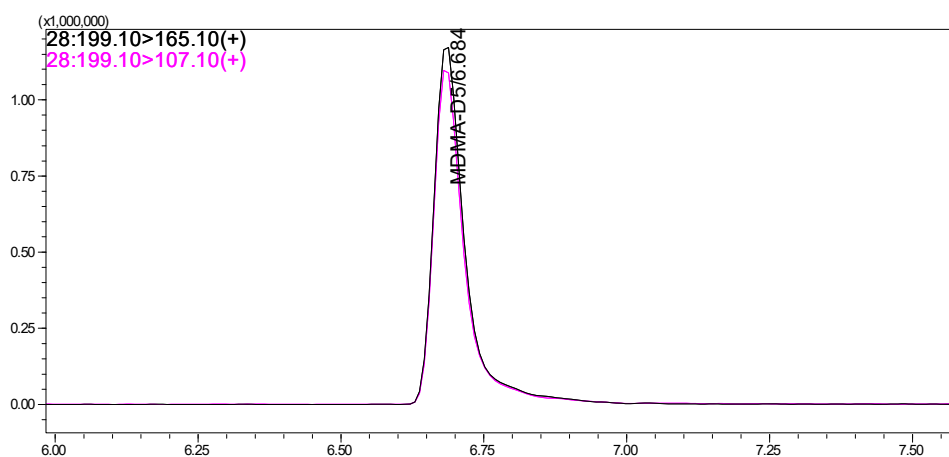


图 C.29 在线固相萃取法中 MDMA-D₅的 MRM 色谱图

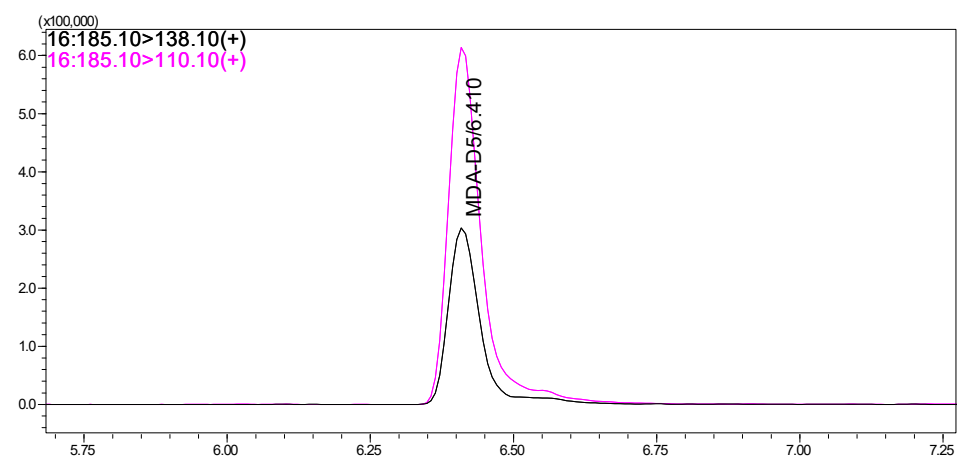


图 C.30 在线固相萃取法中 MDA-D₅的 MRM 色谱图

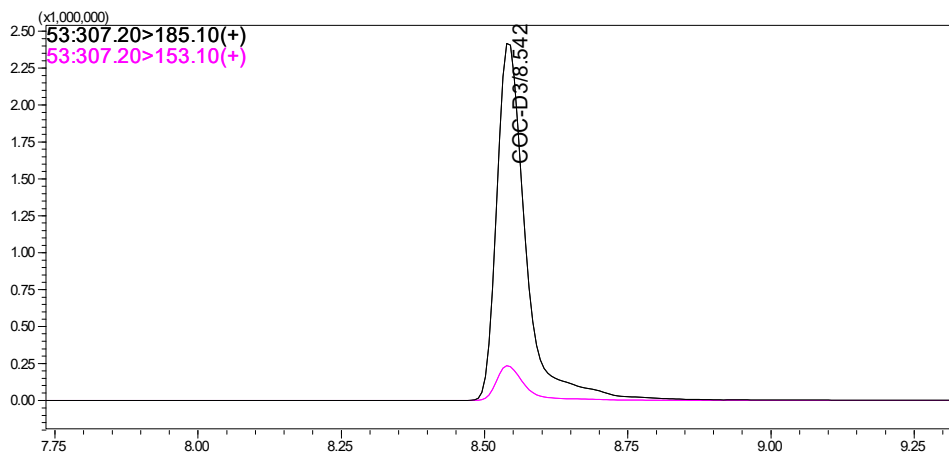


图 C.31 在线固相萃取法中可卡因-D₃的 MRM 色谱图

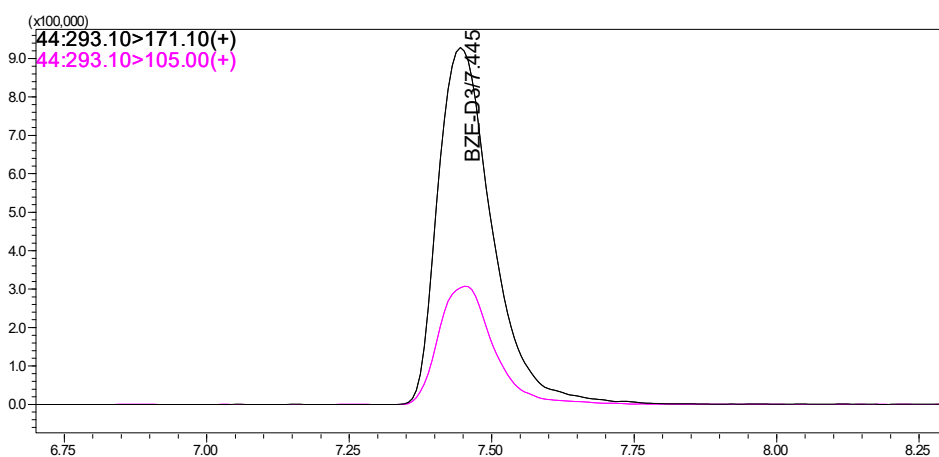


图 C.32 在线固相萃取法中苯甲酰爱康宁-D₃的 MRM 色谱图

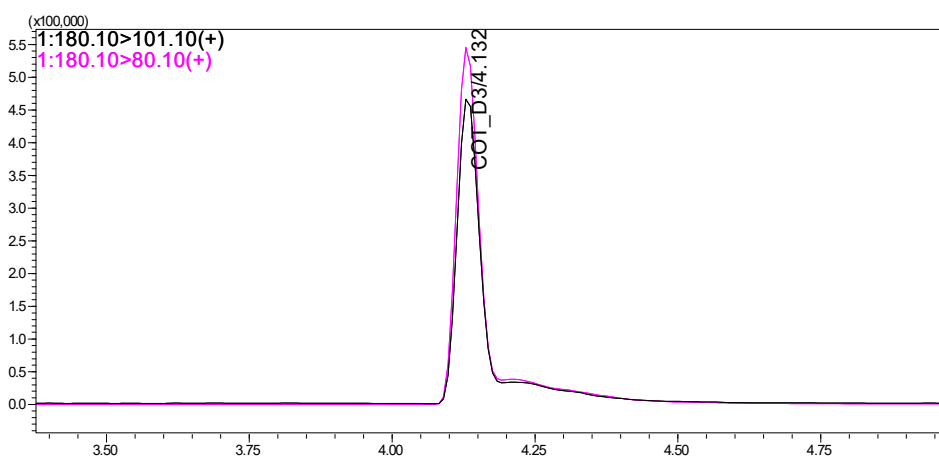


图 C.33 在线固相萃取法中可替宁-D₃的 MRM 色谱图

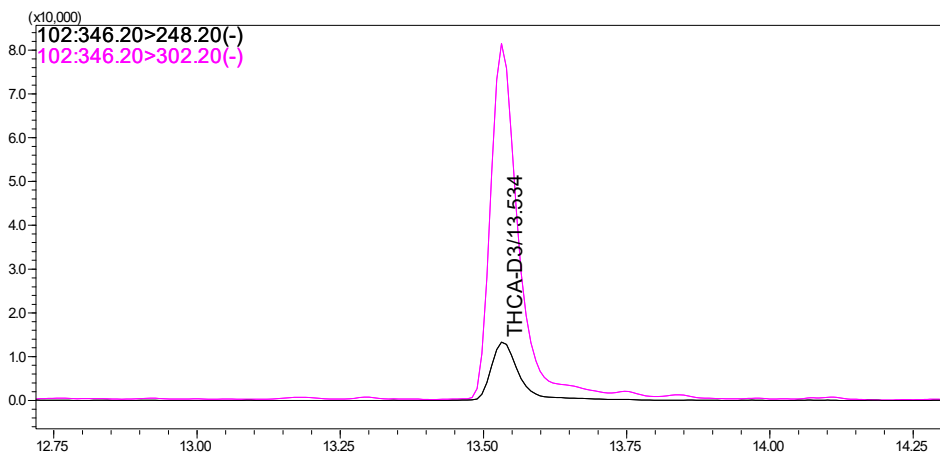


图 C.34 在线固相萃取法中四氢大麻酸-D₃ 的 MRM 色谱图

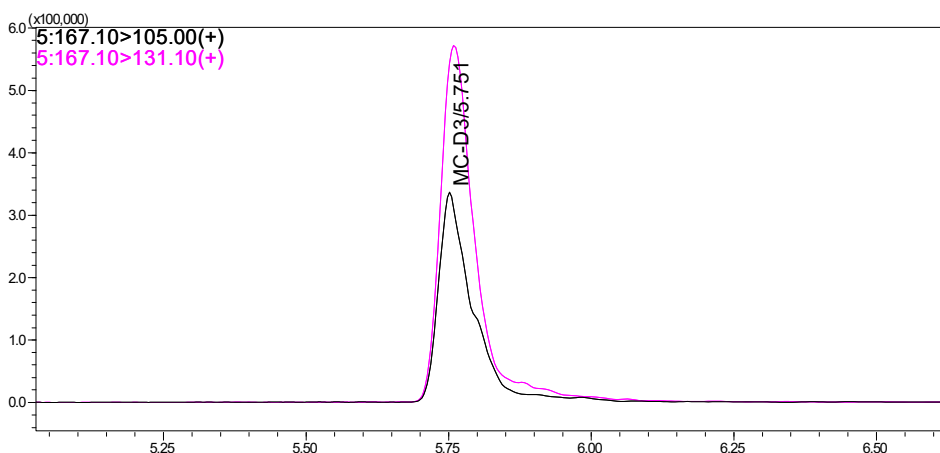


图 C.35 在线固相萃取法中甲卡西酮-D₃ 的 MRM 色谱图

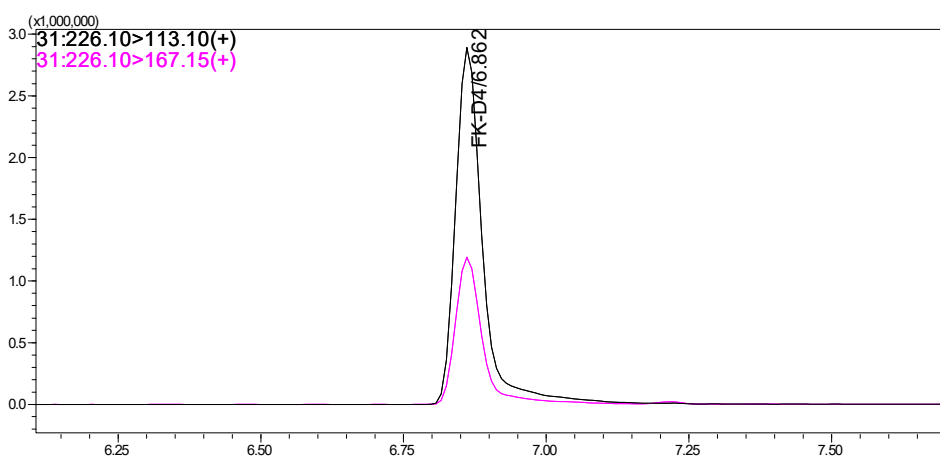


图 C.36 在线固相萃取法中氟胺酮-D₄ 的 MRM 色谱图

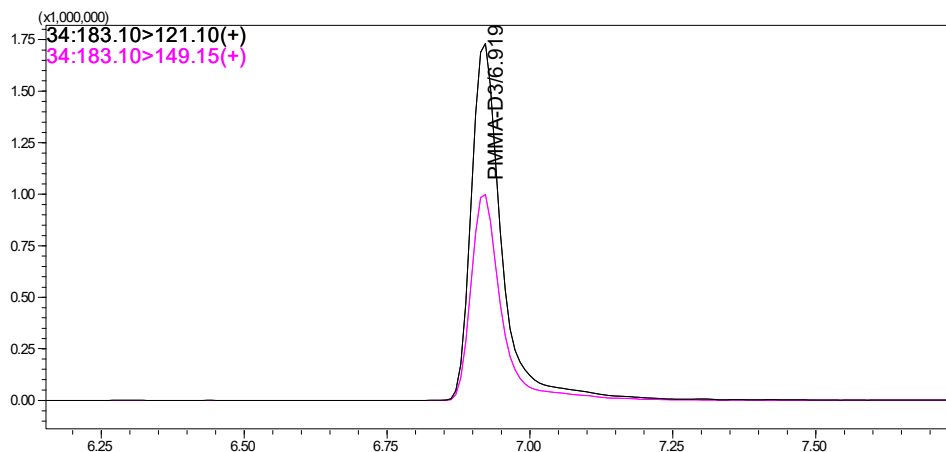


图 C.37 在线固相萃取法中 PMMA-D₃ 的 MRM 色谱图

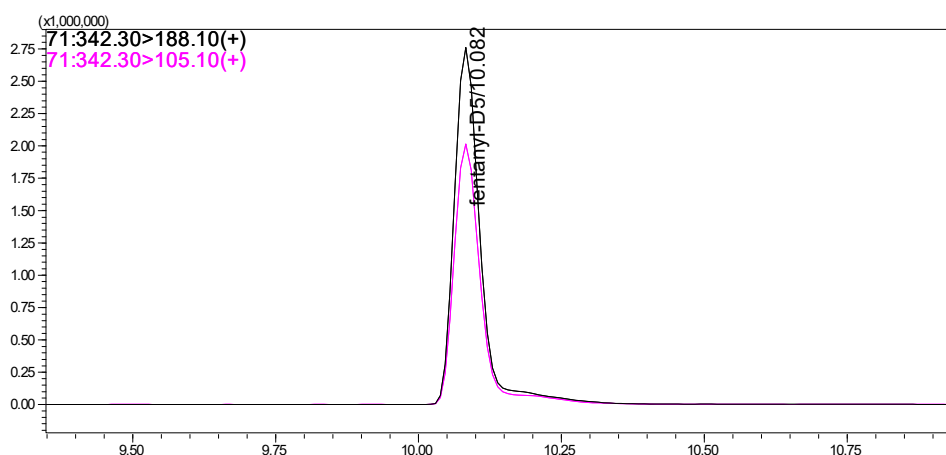


图 C.38 在线固相萃取法中芬太尼-D₅ 的 MRM 色谱图

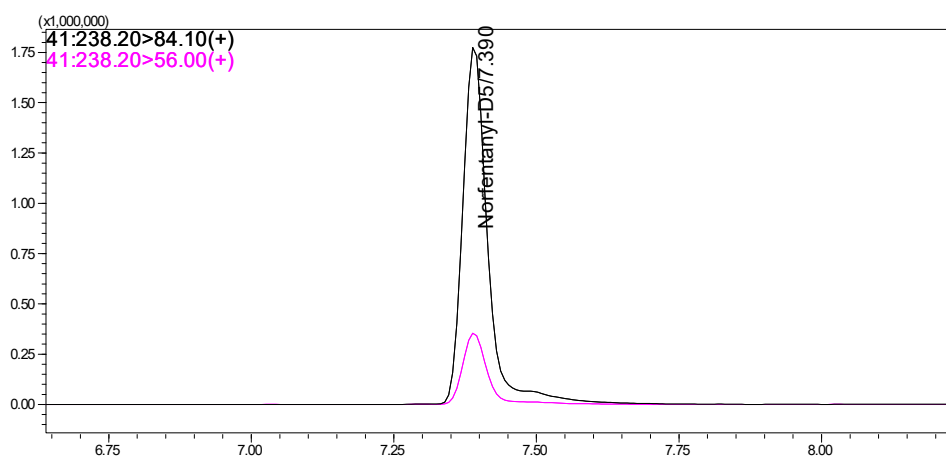


图 C.39 在线固相萃取法中去苯乙基芬太尼-D₅ 的 MRM 色谱图

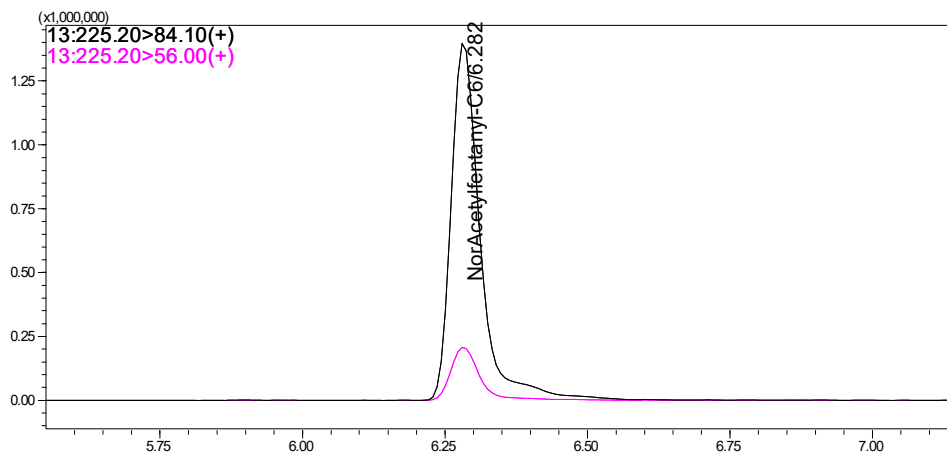


图 C.40 在线固相萃取法中去苯乙酰芬太尼-¹³C₆的 MRM 色谱图

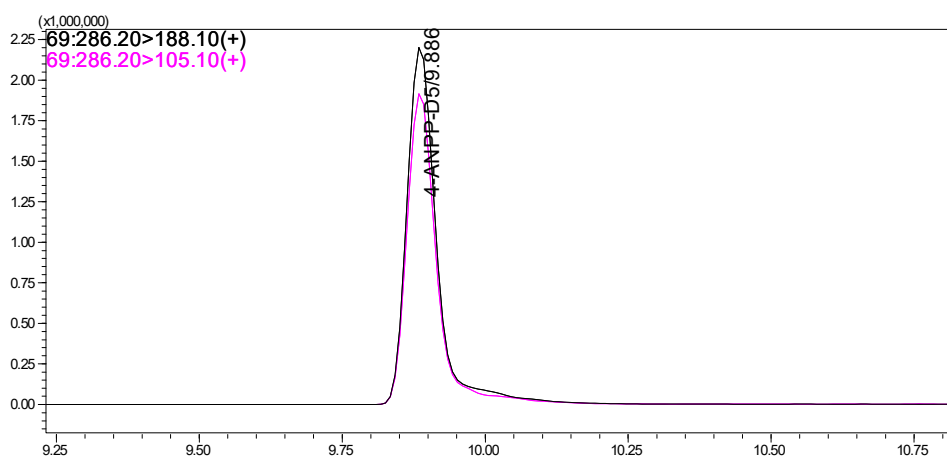


图 C.41 在线固相萃取法中 4-ANPP-D₅ 的 MRM 色谱图

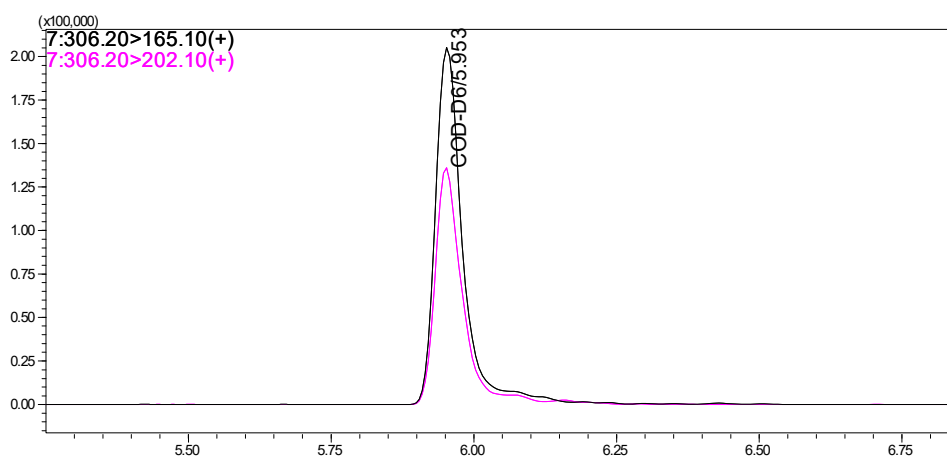


图 C.42 在线固相萃取法中可待因-D₆的 MRM 色谱图

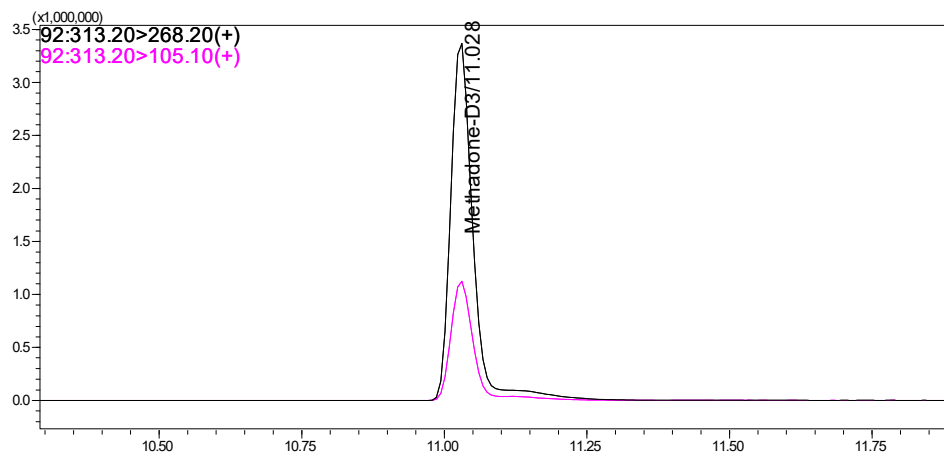


图 C.43 在线固相萃取法中美沙酮-D₃的 MRM 色谱图

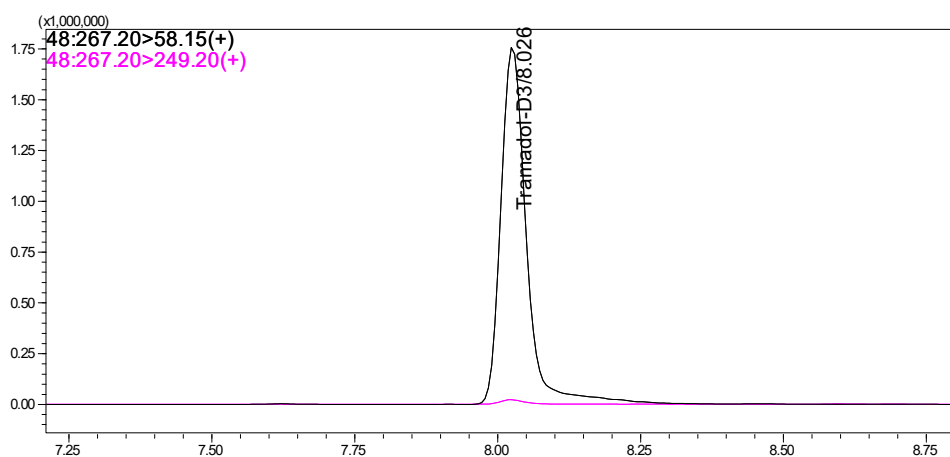


图 C.44 在线固相萃取法中曲马多-D₃的 MRM 色谱图

附录 D
(资料性附录)
检出限

离线固相萃取法-目标物的检出限、定量限和定量范围见表 D.1。

表 D.1 离线固相萃取法-目标物的检出限、定量限和定量范围

目标物	检出限 (ng/L)	定量限 (ng/L)	定量范围 (ng/L)
吗啡	1	2	2-250
O ⁶ -单乙酰吗啡	2	2	2-250
甲基苯丙胺	0.5	2	2-250
苯丙胺	1	1	1-250
氯胺酮	0.5	1	1-250
去甲氯胺酮	0.5	1	1-250
MDMA	0.5	2	2-250
MDA	10	10	10-250
可卡因	0.5	1	1-250
苯甲酰爱康宁	0.5	2	1-250
四氢大麻酸	10	10	10-250
可替宁	20	20	20-4000
甲卡西酮	1	2	2-250
氟胺酮	10	10	10-250
PMMA	0.5	1	1-250
芬太尼	0.5	1	1-250
去苯乙基芬太尼	2	2	2-250
去苯乙基乙酰芬太尼	0.5	1	1-250
4-ANPP	2.5	2.5	2.5-250
可待因	1	2	2-250
美沙酮	0.5	1	1-250
曲马多	10	10	10-250

在线固相萃取法-目标物的检出限、定量限和定量范围见表 D.2。

表 D.2 在线固相萃取法-目标物的检出限、定量限和定量范围

目标物	检出限 (ng/L)	定量限 (ng/L)	定量范围 (ng/L)
吗啡	1	2	2-250
O ⁶ -单乙酰吗啡	2	2	2-250
甲基苯丙胺	1	2	2-250
苯丙胺	0.5	1	1-250
氯胺酮	0.5	1	1-250
去甲氯胺酮	1	2	2-250
MDMA	0.5	1	1-250
MDA	1	1	1-250
可卡因	0.5	1	1-250
苯甲酰爱康宁	2	2	2-250
四氢大麻酸	2	2	2-250
可替宁	20	20	20-5000
甲卡西酮	10	10	10-250
氟胺酮	2	2	2-250
PMMA	0.5	1	1-250
芬太尼	0.5	1	1-250
去苯乙基芬太尼	0.5	1	1-250
去苯乙基乙酰芬太尼	1	1	1-250
4-ANPP	2.5	2.5	2.5-250
可待因	1	1	1-250
美沙酮	0.5	1	1-250
曲马多	10	10	10-250