附件 1

ICS 71.040 CCS Z10/39

DB46

海 南 省 地 方 标 准

DB 46/T XXXX—XXXX

水质 精神活性物质的测定 固相萃取/高效液相色谱-串联质谱法

Water quality—Determination of 12 Psychoactive Substances—Solid phase extraction/high performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry method

(征求意见二稿)

(征求意见稿)

(本草案完成时间: 2024.11)

2025 - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

目 次

前	言I	Ι
1	范围	1
2	规范性引用文件	1
3	术语和定义	1
4	方法原理	1
5	试剂和材料	1
6	仪器和设备	2
7	样品制备	2
8	分析步骤	3
9	结果计算和表征	1
10	准确度	3
11	质量保证和质量控制	3
12	其他 错误!未定义书签。	
附	录 A (规范性) 方法检出限和测定下限汇总表	3
附	录 B (资料性) 方法的精密度和正确度汇总表	9
糸	考 文 献	ว

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。

本文件由海南省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位:中国环境科学研究院、海南省环境科学研究院。

本文件主要起草人:徐建、郭昌胜、陈力可、张恒、吴晓晨、王立成、殷行行、张艳、邓洋慧。

水质 精神活性物质的测定 固相萃取/高效液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了12种精神活性物质的固相萃取/高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于地表水、饮用水和污水中苯丙胺、甲基苯丙胺、甲卡西酮、3,4-亚甲基二氧基苯丙胺、3,4-亚甲基二氧基甲基苯丙胺、去甲氯胺酮、氯胺酮、苯甲酰芽子碱、吗啡、可卡因、美沙酮和麻黄碱等12种精神活性物质的测定。

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 5750.2 生活饮用水标准检验方法

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ/T 91.2 地表水环境质量监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

精神活性物质 psychoactive substances

一大类摄入人体后对中枢神经系统具有强烈兴奋作用或抑制作用,影响人类思维、情感、意志行为等心理过程的成瘾性物质。

4 方法原理

在酸性(pH=2~3)条件下采用固相萃取法富集水中的精神活性物质,5%氨水的甲醇洗脱,浓缩后采用液相色谱-串联质谱法测定,根据特征离子对和保留时间定性,内标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

- 5.1 乙腈 (CH₃CN): 色谱纯。
- 5.2 甲醇(CH₃OH):色谱纯。
- 5.3 甲酸 (CH₂O₂): 色谱纯。

DB 46/T XXXX—XXXX

- 5.4 盐酸: ρ (HCl) =1.19 g/mL。
- 5.5 氨水: ρ (NH₃·H₂O) =0.91 g/mL, 优级纯。
- 5.6 0.1%甲酸溶液:量取 0.5 mL 甲酸 (5.3),缓慢加入水中,用水定容到 500 mL。
- 5.7 含 5% 氨水的甲醇溶液: 移取 10mL 氨水 (5.5) 至 200mL 容量瓶中, 甲醇 (5.2) 定容。
- 5.8 10%乙腈溶液:量取 100 mL 乙腈(5.1)于 1L 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。
- 5.9 精神活性物质标准贮备液: ρ=100.0 μg/mL。可用 12 种精神活性物质标准物质配制,标准物质纯度大于 98.0%,用适量的甲醇(5.2)溶解,-20℃避光保存。也可直接购买有证标准溶液,参照制造商的产品说明书保存。
- 5.10 精神活性物质标准使用液: ρ=10.0 μg/mL(参考浓度)。将 12 种精神活性物质标准贮备液(5.9)用适量的甲醇(5.2)稀释。标准使用液于-20℃避光保存,保质期 1 年。
- 5.11 内标贮备液: ρ=100.0 μg/mL。内标物为甲基苯丙胺-d8 和氯胺酮-d4,用适量的甲醇(5.2)溶解,于-20℃避光保存。也可直接购买有证标准溶液,按照制造商的产品说明书保存。
- 5.12 内标使用液: ρ=10.0 μg/mL(参考浓度)。将内标贮备液(5.11)用甲醇(5.2)稀释。内标使用液于-20℃避光保存,保质期 1 年。
- 5.13 固相萃取柱:填料为苯磺酸化的聚苯乙烯-二乙烯基苯高聚物,规格为 60 mg/3 mL,或其他等效固相萃取柱或膜。
- 5.14 滤膜: 0.22 μm, 尼龙材料材质。
- 5.15 玻璃纤维滤膜: 直径 47 mm, 孔径 0.45 μm。
- 5.16 氮气:纯度≥99.999%。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子化源(ESI),具备梯度洗脱功能和多反应监测功能。
- 6.2 色谱柱: C_{18} 反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱,能够实现具有相同质荷比的物质的完全分离,参考规格为 $2.1~\text{mm} \times 50~\text{mm}$, $1.7~\text{\mu m}$ 。
- 6.3 浓缩装置: 氮吹浓缩仪或其他性能相当的设备。
- 6.4 固相萃取装置:手动或自动(带缓冲瓶及真空泵),流速可调节。
- 6.5 微量注射器或移液器: 10 μL、20 μL、50 μL、100 μL、1000 μL、10 mL。
- 6.6 一般实验室常用包括但不限于离心管、巴斯德吸管、2mL 棕色进样瓶等。

7 样品制备

7.1 采集与保存

按照《地表水环境质量监测技术规范》(HJ/T 91.2), 《生活饮用水标准检验方法》(GB/T 5750.2)和《污水监测技术规范》(HJ 91.1)的相关规定采集样品。用预先洗涤干净并干燥的棕色玻璃磨口瓶采集水样,水样满瓶采集,用盐酸(HCl)调节pH值为2~3,密封之后放入冰冻保温箱保存。采样后尽快分析,否则水样应在-20 ℃条件下保存。采集的水样应在1周内完成分析(样品过滤于采样后1天内完成;过滤液于≤1天内完成富集;富集后的固相萃取柱于-20℃保存≤3天)。

7.2 试样制备

量取500 mL水样,加入内标使用液(5.12)后经0.45 μm玻璃纤维滤膜(5.15)过滤。将固相萃取柱(5.13)依次用5 mL甲醇(5.2)、5 mL去离子水和5 mL pH=2的去离子水进行活化平衡后,水样以3-5 mL/min的速度流过萃取柱。水样富集完毕后,使用6mL去离子水对萃取柱进行淋洗,继续抽真空30 min 使萃取柱干燥。使用6 mL含5%氨水的甲醇溶液(5.7)对萃取柱进行洗脱。洗脱液收集于10 mL玻璃离

心管中,40 °C水浴下在平行浓缩仪中以弱氮气(5.16)流吹至尽干。用1mL 10%乙腈溶液(5.8)复溶,经0.22 μm 尼龙滤膜(5.14)过滤后待测。

7.3 空白试样制备

用实验用水代替样品,按照与试样的制备(7.2)相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

- 8.1.1 液相色谱参考条件
 - a) 流动相: A相: 0.1%甲酸水, B相: 乙腈, 梯度洗脱程序见表 1;
 - b) 柱温: 40°C;
 - c) 流速: 0.45 mL/min;
 - d) 进样量: 5 μL。

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.0	98	2
0.5	98	2
4.5	50	50
4.6	2	98
6.0	2	98
6.2	98	2
7.5	98	2

8.1.2 质谱参考条件

- a) 电离方式: 电喷雾电离,正离子模式(ESI+);
- b) 毛细管电压: 0.5 KV;
- c) 去溶剂气温度: 500 °C;
- d) 去溶剂气流速: 1000 L/h;
- e) 碰撞气流速: 50 mL/min;
- f) 离子源温度: 150°C;
- g) 雾化气压力: 600 kPa;
- h) 12 种精神活性物质的质谱参数见表 2,内标物质的质谱参数见表 3。

表 2 12 种精神活性物质的质谱参数

化合物名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)a	锥孔电压 (V)	碰撞能(eV)
苯丙胺	136.05	91.00*/119.10	14	17/9
甲基苯丙胺	150.02	91.00*/119.05	22	16/10
甲卡西酮	164.06	130.96*/104.99	20	18/22

化合物名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)a	锥孔电压 (V)	碰撞能(eV)
3,4-亚甲基二氧基苯	100.02	104.00*/125.42	22	20/16
丙胺	180.03	104.99*/135.43	22	20/16
3,4-亚甲基二氧基甲	10100	1.62.024/10.1.00		10/04
基苯丙胺	194.08	163.02*/104.99	22	12/24
去甲氯胺酮	224.03	124.95*/89.23	28	24/50
氯胺酮	238.03	124.96*/207.00	16	24/14
苯甲酰芽子碱	289.98	168.09*/104.99	20	20/28
吗啡	286.10	201.1*/153.1	60	35/57
可卡因	304.07	182.07*/82.02	6	18/28
美沙酮	310.10	104.98*/77.07	4	24/48
麻黄碱	166.10	148.1*/133.1	40	17/30

表2 12种精神活性物质的质谱参数(续)

注:对于不同的质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。*为定量离子。

内标物名称	母离子	锥孔电压 V	子离子	碰撞能 eV
甲基苯丙胺-d8	158.06	22	92.95	16
氯胺酮-d4	242.10	16	129. 01	24

表 3 内标物质的质谱参数

8.2 标准曲线的绘制

- 8.2.1 取一定量精神活性物质标准使用液、内标使用液于 2 mL 样品瓶中,制备至少 5 个浓度点标准系列,精神活性物质在各点的质量浓度分别为 0.10 μ g/L、0.20 μ g/L、0.50 μ g/L、1.0 μ g/L、2.0 μ g/L、5.0 μ g/L 和 10 μ g/L,内标的质量浓度均为 1.0 μ g/L,进样后绘制标准曲线。
- 8.2.2 由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样,以标准系列溶液中目标组分的质量浓度为横坐标, 其对应的峰面积(或峰高)与内标物峰面积(或峰高)的比值乘以内标物浓度的乘积为纵坐标,建立校 准曲线。

8.3 样品分析

8.3.1 仪器分析

取制备好的试样溶液,通过自动进样器注入 5.0 μL 至液相色谱仪中。目标组分经色谱柱分离后,在规定的色谱条件下,通过与标准物质保留时间的比对进行定性分析;采用质谱检测器检测目标组分响应信号。

8.3.2 定量计算

根据目标物与内标物峰面积(或峰高)的比值,利用建立的校准曲线计算目标组分浓度。

9 结果计算和表示

9.1 定性分析

9.1.1 每种被测组分选择 1 个母离子和 2 个子离子(两个离子对)进行监测。在相同的实验条件下,样品中待测组分的保留时间与标准样品中的保留时间的相对偏差小于±2.5%;且对试样中目标物定性离子对的相对丰度(Ksam)与浓度相近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度(Kstd)进行比较,偏差不超过表 4 规定的范围,则可判定样品中存在该待测物。

$$k_{sam} = \frac{A_2}{A_I} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

 K_{sam} ——样品中目标物定性离子的相对丰度, %;

A2 ——样品中目标物二级质谱定性离子的响应值;

A1 ——样品中目标物二级质谱定量离子的响应值。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

 K_{std} ——标准溶液中目标物定性离子的相对丰度, %;

 A_{std2} ——标准溶液中目标物二级质谱定性离子的响应值;

Astd1 ——标准溶液中目标物二级质谱定量离子的响应值。

表 4 定性确证时相对离子对峰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50	20~50	10~20	≦ 10
<i>K_{sam}</i> 允许的偏差(%)	±20	±25	±30	±50

9.2 结果计算

样品中, 各精神活性物质组分的质量浓度按照公式(3)进行计算:

$$\rho_i = \frac{\rho_{\text{li} \times V_I}}{v} \times \mathbf{D}. \tag{3}$$

式中:

 ρ_i ——试样中 i 组分的质量浓度, ng/L;

 P_{li} ——由标准曲线得到的试样中 i 物质的质量浓度, ng/L;

 V_l ——试样定容体积, mL;

V ——取样体积, mL;

D ——稀释倍数。

9.3 结果表示

测定结果的小数点位数与方法检出限一致,最多保留三位有效数字。

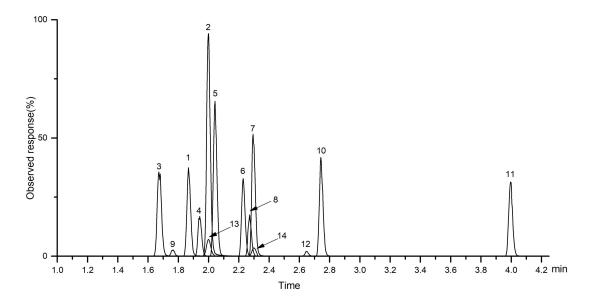


图 1 目标物的总离子流色谱图

其中: 1. 苯丙胺 2. 甲基苯丙胺 3. 甲卡西酮 4.3,4-亚甲基二氧基苯丙胺 5.3,4-亚甲基二氧基甲基苯丙胺 6. 去甲氯胺酮 7. 氯胺酮 8. 苯甲酰芽子碱 9. 吗啡 10. 可卡因 11. 美沙酮 12. 麻黄碱 13.甲基苯丙胺-d8 14. 氯胺酮-d4

10 准确度

10.1 精密度

10. 1. 1 六家实验室对 12 种精神活性物质浓度为 1.0 ng/L、5.0 ng/L 和 10 ng/L 的水样加标样品分别进行了 6次重复测定。1.0 ng/L、5.0 ng/L 和 10 ng/L 加标浓度下,实验室内相对标准偏差分别为 1.93%~12.1%、 0.952~8.43% 和 0.723%~33.5%, 实验室间相对标准偏差分别为 5.77%~9.90%、 3.01%~7.16% 和 2.53%~20.5%,重复性限范围分别为 0.12 ng/L~0.27 ng/L、0.060 ng/L~0.14 ng/L 和 0.060 ng/L~0.22 ng/L,再现性限范围分别为 0.16 ng/L~0.27 ng/L、0.42 ng/L~0.95 ng/L 和 0.70 ng/L~6.1 ng/L。

10.2 正确度

10. 2. 1 六家实验室对 12 种精神活性物质浓度为 1.0 ng/L、5.0 ng/L 和 10 ng/L 的水样加标样品分别进行了 6 次重复测定。1.0 ng/L、5.0 ng/L 和 10 ng/L 加标浓度下,纯净水样品中的回收率分别为 90.7%~103%、93.2%~103%和 91.4%~120%,自来水样品中的回收率分别为 92.0%~103%、93.6%~100%和 94.8%~101%,地表水样品中的回收率分别为 92.3%~104%、96.0%~101%和 95.4%~101%,生活污水中的回收率分别为 92.4%~105%、95.3%~99.3%和 96.1~101%。

精密度和正确度结果见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品(≤20个样品/批)应至少分析一个实验室空白,其测定结果应低于方法检出限。

11.2 校准

标准曲线的相关系数应≥0.995。每批样品(≤20个样品/批)应测定一个标准曲线中间点标准溶液, 其测定结果与该浓度的误差应在±20%之内。

11.3 平行样

每批样品(少于20个样品/批)需分析一个平行样,测定结果的相对偏差应≤25%。

11.4 基体加标

每批样品(\leq 20 个样品/批)需分析一个基体加标样,加标回收率应在 60%~130%之间。 12 其他

当取样体积为1 L时,本方法检出限为0.003~0.011 ng/L,测定下限为0.012~0.044 ng/L。

附 录 A (规范性) 方法检出限和测定下限表

表 A.1 为方法检出限和测定下限表。

表 A. 1 方法检出限和测定下限表

2. [11. A distribute to the	//. A #L-++	U. A. 4/1-th)		测定下限
序号	化合物中文名称 	化合物英文全称	CAS 登录号	(ng/L)	(ng/L)
1	苯丙胺	Amphetamine	300-62-9	0.005	0.021
2	甲基苯丙胺	Methamphetamine	7632-10-2	0.005	0.021
3	甲卡西酮	Methcathinone	66514-93-0	0.003	0.010
4	3,4-亚甲基二氧基苯丙胺	3,4-Methylenedioxyamphetamine	4764-17-4	0.011	0.045
5	3,4-亚甲基二氧基甲基苯丙 胺	3,4-methylenedioxymethamphetamine	42542-10-9	0.007	0.027
6	去甲氯胺酮	Norketamine	79499-59-5	0.005	0.019
7	氯胺酮	Ketamine	1867-66-9	0.005	0.02
8	苯甲酰芽子碱	Benzoylecgonine	50-36-2	0.006	0.025
9	吗啡	Morphine	6009-81-0	0.005	0.021
10	可卡因	Cocaine	76-57-3	0.007	0.029
11	美沙酮	Methadone	76-99-3	0.003	0.011
12	麻黄碱	Ephedrine	299-42-3	0.006	0.024

附 录 B (资料性) 方法的精密度和正确度汇总表

表B.1和B.2分别为方法精密度汇总表和正确度汇总表。

表 B. 1 方法精密度汇总表

		加标水平	总均值	实验室内标准偏	实验室间相对		
序号	化合物名称	(ng/L)	(ng/L)	差 (%)	标准偏差(%)	重复性限 r	再现性限 R
		1.0	1.0	2.44~9.50	7.44%	0.18	0.20
1	苯丙胺	5.0	5.0	1.38~5.86	5.13%	0.10	0.70
		10.0	10.0	1.39~8.47	6.67%	0.12	1.80
		1.0	1.0	3.48~9.79	6.96%	0.16	0.20
2	甲基苯丙胺	5.0	5.0	1.59~4.32	3.01%	0.08	0.42
		10.0	10.0	0.723~33.5	20.50%	0.22	6.10
		1.0	1.0	7.85~12.1	9.90%	0.27	0.27
3	甲卡西酮	5.0	5.0	3.17~4.18	3.71%	0.10	0.51
		10.0	10.0	2.89~4.19	3.62%	0.10	1.0
		1.0	1.0	2.97~10.6	7.42%	0.18	0.20
4	3,4-亚甲基二氧基	5.0	5.0	1.19~2.77	3.06%	0.06	0.42
	苯丙胺	10.0	10.0	1.20~4.28	3.34%	0.08	0.93
_		1.0	1.0	3.50~11.1	8.14%	0.19	0.23
5	3,4-亚甲基二氧基	5.0	5.0	1.08~5.16	3.60%	0.09	0.50
	甲基苯丙胺	10.0	10.0	1.23~3.00	2.53%	0.06	0.70
		1.0	1.0	2.67~9.96	8.71%	0.17	0.24
6	去甲氯胺酮	5.0	5.0	1.23~3.84	4.29%	0.08	0.58
		10.0	10.0	1.03~3.58	2.88%	0.07	0.80
		1.0	1.0	1.93~7.60	5.77%	0.12	0.16
7	氯胺酮	5.0	5.0	1.45~5.25	4.23%	0.10	0.58
		10.0	10.0	0.984~6.86	4.06%	0.10	1.10
		1.0	1.0	2.35~8.68	7.43%	0.15	0.21
8	苯甲酰芽子碱	5.0	5.0	0.952~8.43	7.16%	0.14	0.95
		10.0	10.0	1.26~6.77	7.10%	0.13	1.90

DB 46/T XXXX—XXXX

表B. 1 方法精密度汇总表(续)

序号	化合物名称	加标水平	总均值	实验室内标准偏		重复性限 r	再现性限 R
		(ng/L)	(ng/L)	差 (%)	标准偏差(%)		
		1.0	1.0	3.12~11.3	9.32%	0.20	0.25
9	吗啡	5.0	5.0	1.48~6.10	4.25%	0.10	0.58
		10.0	10.0	0.772~5.19	3.28%	0.08	0.91
		1.0	1.0	4.04~10.15	7.94%	0.18	0.23
10	可卡因	5.0	5.0	3.11~5.40	5.48%	0.13	0.77
		10.0	10.0	1.90~3.92	3.01%	0.07	0.84
		1.0	1.0	2.43~9.42	7.14%	0.15	0.20
11	美沙酮	5.0	5.0	1.58~5.81	4.74%	0.11	0.66
		10.0	10.0	1.70~4.34	3.78%	0.08	1.10
		1.0	1.0	3.37~10.3	7.78%	0.19	0.21
12	麻黄碱	5.0	5.0	1.54~7.77	5.84%	0.12	0.80
		10.0	10.0	1.17~20.1	9.45%	0.16	2.60

表 B. 2 方法正确度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度(ng/L)	加标回收率(%)	加标回收率最终值(%)
			1	96.3~101	98.7±2.0
		超纯水	5	98.0~101	99.4±1.2
			10	99.6~105	101.8±2.3
			1	84.3~102	94±7.9
		自来水	5	91.1~100	96.5±4.4
1	-14- n.s		10	85.2~105	93.9±7.1
	苯丙胺		1	96.6~105	100.9±3.7
		地表水	5	92.0~99.3	96.1±3.3
			10	90.2~105	96.7±5.7
			1	98.1~104	99.2±1.4
		生活污水	5	92.6~100	96.5±3.2
			10	96.1~105	98.8±2.4
			1	96.8~102	99.2±2.1
		超纯水	5	98.7~99.8	99.2±0.5
			10	99.4~102	99.7±0.2
		自来水	1	93.1~106	99.2±5.6
			5	98.4~101	99.9±1.1
2	甲基苯丙胺		10	99.8~102	100.7±1.1
2	丁坐 奉內放		1	98.4~109	102.7±4.7
		地表水	5	97.6~99.2	98.2±0.6
			10	99.6~101	100.6±0.7
			1	99.4~108	101.9±5.1
		生活污水	5	98.5~100	99.5±0.4
			10	99.9~102	100.9±1.1
			1	95.7~101	97.7±2.5
		超纯水	5	97.9~99.3	98.6±0.6
3	甲卡西酮		10	101~103	102.2±0.5
	工 区村間		1	84.5~98.4	92±6.2
		自来水	5	95.7~101	98.2±2.1
			10	98.8~102	100.8±1.6

表B. 2 方法正确度汇总表(续)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度(ng/L)	加标回收率(%)	加标回收率最终值(%)
		1	97.5~100	98.9±1.0	
		地表水	5	97.8~99.1	98.5±0.6
3	甲卡西酮		10	96.7~102	99±2.1
3	. I. I. 53 HB		1	96.8~107	101.6±4.6
		生活污水	5	98.8~99.7	99.2±0.4
			10	97.1~102	99.1±1.9
			1	95.8~108	100.7±4.6
		超纯水	5	93.8~101	97.7±3.2
			10	100~102	100.7±0.6
			1	86.8~100	93.7±5.9
		自来水	5	96.2~100	98.6±1.6
			10	96.9~101	98.7±1.5
4	3,4-亚甲基二氧基苯丙胺		1	95.8~99.6	98.8±0.9
	地表水	5	94.4~99.9	98.9±1.1	
			10	96.8~102	98.9±2
		生活污水	1	97.7~111	102.2±7.7
			5	94.0~99.8	97.8±1.6
			10	97.7~101	98.4±0.9
			1	93.8~106	99.5±4.8
		超纯水	5	96.1~101	98.6±2.1
			10	95.9~101	98.6±2.2
			1	98.6~109	102.9±4.9
		自来水	5	97.6~102	100.3±1.0
			10	95.6~100	99.5±0.5
5 3,4-亚甲基二氧基甲基苯丙胺	3,4-业甲基二氧基甲基苯丙胺		1	96.2~108	102.2±4.8
		地表水	5	96.7~99.7	98.4±1.1
			10	96.0~101	99±1.1
			1	98.5~110	103.8±5.4
		生活污水	5	95.6~101	97.9±1.9
			10	97.4~101	101±1.6

表B. 2 方法正确度汇总表(续)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	加标回收率(%)	加标回收率最终值(%)
6	去甲氯胺酮		1	85.8~101	94.8±6.9
		超纯水	5	92.5~100	96.9±3.5
			10	96.7~100	98.6±1.5
		自来水	1	85.8~99.4	98.6±0.6
			5	91.5~101	96.8±4.3
			10	97.5~99.8	98.8±1.1
			1	87.6~109	102.7±5
		地表水	5	93.5~99.8	96.8±2.8
			10	95.8~99.5	98.2±1.3
			1	87.6~106	105.1±6.2
		生活污水	5	93.2~99.7	98.2±1.1
			10	98.3~103	100.5±1.8
			1	94.3~101	97.9±3.0
	氯胺酮	超纯水	5	94.9~100	98.1±2.6
			10	97.8~100	99.1±1.1
			1	95.2~99.8	98±1.5
		自来水	5	95~102	100.3±1.1
_			10	96.9~99.8	98.6±1.4
7		地表水	1	87.1~109	101±8.1
			5	94.6~99.7	98±1.8
			10	97.8~102	100.2±1.7
		生活污水	1	95.0~110	104.2±4.9
			5	95.6~102	98.3±2.5
			10	99.6~102	100.5±0.9
8	苯甲酰芽子碱	超纯水	1	90.5~102	96.5±5.0
			5	88~100	95.3±6.0
			10	85.8~100	94.3±7.0
		白本小	1	93.3~106	102±3.3
		自来水	5	88.0~99.7	97.4±2.5

表B. 2 方法正确度汇总表(续)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度(ng/L)	加标回收率(%)	加标回收率最终值(%)
8	苯甲酰芽子碱	自来水	10	87.9~101	99±1.5
		地表水	1	90.7~110	102.8±5.9
			5	87.7~99.8	98.6±2.1
			10	86.9~99.7	97.6±1.7
		生活污水	1	93.3~109	106.4±9
			5	89.2~99.4	97.5±2.7
			10	87.5~99.6	98.6±1.2
	吗啡	超纯水	1	99.8~104	93.7±7.8
			5	100~106	98.2±2.0
			10	100~101	99.5±0.5
			1	90.0~109	103.1±4.8
		自来水	5	91.5~106	98.7±1.0
			10	95.8~102	99.4±0.4
9		地表水	1	94.6~107	94.8±4.4
			5	89.2~106	95.6±3.9
			10	86~101	96.1±5.1
		生活污水	1	98.3~108	95.7±4.6
			5	96.4~105	96.7±3.1
			10	99.8~102	98.4±2.4
10	可卡因	超纯水	1	99.8~104	101.7±1.8
			5	100~106	102.1±2.3
			10	99.7~101	100.5±0.7
		自来水	1	90.0~109	99.4±7.7
			5	91.5~106	96.8±3.1
			10	95.8~102	99.3±2.7
		地表水	1	87.3~107	99.9±7.2
			5	96.0~106	97.8±1.8
			10	97.3~101	99.3±1.1
		生活污水	1	97.3~108	99.3±3.8
			5	96.4~105	98±1.3
			10	97.3~102	100.7±0.9

表B. 2 方法正确度汇总表(续)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	加标回收率(%)	加标回收率最终值(%)
11	美沙酮	超纯水	1	100~107	101.8±1.1
			5	99.7~104	101.9±2.1
			10	99.6~103	101±1.5
		自来水	1	94.3~112	96.4±2.7
			5	93.6~105	96.6±2.7
			10	96.1~103	97.8±1.6
		地表水	1	97.3~109	100.4±3.9
			5	98.3~106	100.4±3.0
			10	95.2~103	98.1±2.5
		生活污水	1	96.4~113	98.3±10.5
			5	96.6~104	97.3±0.7
			10	94.6~103	98.2±3.5
	麻黄碱	超纯水	1	98.8~101	99.6±0.8
			5	99.7~101	100.5±0.7
			10	98.8~115	102.7±6.2
		自来水	1	84.2~100	93.2±7.4
			5	83.6~101	93.4±8.0
12			10	94.2~99.9	97.4±2.6
		地表水	1	99.5~112	104.5±4.6
			5	96.9~105	99.5±3
			10	96.4~102	98.8±2.2
		生活污水	1	90.5~99.8	95.1±3.8
			5	96.5~101	98.2±1.5
			10	95.9~100	97.3±1.3

参考文献

- [1] the United Nations Office on Drugs and Crime. Convention on Psychotropic Substances, 1971 [EB/OL]. Treaties. https://www.unodc.org/unodc/en/treaties/psychotropics.html
- [2] The European Parliament and the Council of the European Union, Regulation (EU) 2017/2101 of the European Parliament and of the Council of 15 November 2017 amending Regulation (EC) No 1920/2006 as regards information exchange on, and an early warning system and risk assessment procedure for, new psychoactive substances. [EB/OL]. Official Journal of the European Union, 2017(60):1-7. http://data.europa.eu/eli/reg/2017/2101/oj
 - [3] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法.