

超临界二氧化碳萃取结合高效液相色谱-串联质谱法测定毛发中11种常见精神药物

徐代化^{1*}, 欧军², 陈深树¹, 徐期林¹, 陈焱翰¹, 程良红¹

(1. 广东南天司法鉴定所, 广东 深圳 518003; 2. 深圳黑尔格科技有限公司, 广东 深圳 518109)

摘要: 建立了一种超临界二氧化碳萃取(SFE)结合高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)测定毛发中11种常见精神药物的方法,并应用于实际毛发样品的检测。剪碎的毛发样品在优化的SFE条件下萃取,提取液经氮吹浓缩,以甲醇定容至100 μL后,进行HPLC-MS/MS测定。结果表明,11种常见精神药物在2~200 ng/mL范围内线性良好,相关系数(r^2)大于0.999,方法检出限为0.01~0.05 ng/mg,定量下限为0.03~0.10 ng/mg;在0.05、0.20、0.40 ng/mg加标水平下,方法的回收率为81.6%~94.8%,相对标准偏差(RSD)为0.50%~3.4%。该方法快速、灵敏、准确,可用于毛发中11种常见精神药物的同时检测。

关键词: 超临界二氧化碳萃取(SFE); 毛发; 精神药物; 高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)

中图分类号: O657.7; S859.81 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2019)08-0979-06

Determination of 11 Common Psychotropic Drugs in Human Hair by High Performance Liquid Chromatography – Tandem Mass Spectrometry with Supercritical Fluid Carbon Dioxide Extraction

XU Dai-hua^{1*}, OU Jun², CHEN Shen-shu¹, XU Qi-lin¹, CHEN Yao-han¹, CHENG Liang-hong¹

(1. Guangdong Nantian Institute of Forensic Science, Shenzhen 518003, China; 2. Shenzhen Helge Tech. Ltd. Co., Shenzhen 518109, China)

Abstract: A high performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry (HPLC – MS/MS) with supercritical fluid carbon dioxide extraction (SFE) was established for the determination of 11 common psychotropic drugs in human hair. The sheared hair samples were extracted by SFE under optimized conditions. The concentrated extract was reconstituted to 100 μL with methanol, then analyzed by HPLC – MS/MS. Results showed that there existed good linear relationships for 11 common psychotropic drugs in the range of 2 – 200 ng/mL, with correlation coefficients (r^2) greater than 0.999. The detection limits and the quantitation limits were in the ranges of 0.01 – 0.05 ng/mg and 0.03 – 0.10 ng/mg, respectively. Recoveries at the spiked levels of 0.05, 0.20 and 0.40 ng/mg ranged from 81.6% to 94.8% with relative standard deviations (RSD) of 0.50% – 3.4%. The method is rapid, sensitive and accurate, and could be used in simultaneous detection of 11 common psychotropic drugs in human hair.

Key words: supercritical fluid carbon dioxide extraction (SFE); human hair; psychotropic drugs; high performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry (HPLC – MS/MS)

我国精神药物的滥用问题日益严重,致死人数不断攀升,造成严重的社会问题。目前流行的常见精神药物包括甲基苯丙胺(冰毒)、海洛因、氯胺酮(K粉)、可待因、可卡因等。生物检材中常见精神药物的检测结果通常作为公安和司法部门执法的重要依据。与血、尿等其他生物检材相比,毛发具有易获取、易保存、目标物稳定、检测时限长等优点。因此,毛发中常见精神药物的检测吸引了各国科学家的广泛关注,目前已发展出多种毛发样品的前处理和检测方法^[1-4]。其中,高效液相色谱-串联质谱法的应用最为广泛^[5-7]。毛发的前处理方法包括碱性或酸性溶液消解、溶剂浸泡过夜、混合溶剂

收稿日期: 2018-12-28; 修回日期: 2019-05-10

基金项目: 广东省深圳市科技创新委员会2017年技术创新计划技术攻关项目(JSGG20170413100657397)

* 通讯作者: 徐代化, 副主任法医师, 研究方向: 法医毒物分析, E-mail: junouchem@163.com

超声波提取、酶水解法等。然而上述前处理方法使用大量溶剂,且提取时间较长(10 h 以上),因此亟待开发环保、高效的提取方法。

超临界二氧化碳萃取(SFE)是一种新型的分离技术,具有操作简便、环保、高效等特点。该技术利用超临界二氧化碳的高效萃取能力,极大地提高了目标物的提取效率,避免了固相萃取净化等前处理步骤^[8-9],已被广泛应用于医药、食品及玩具检测^[10]等方面,但在法医毒物领域的应用相对较少^[11]。Sachs 等^[12]首次开发了检测毛发中毒品的超临界二氧化碳萃取结合气相色谱-质谱联用技术。Allena 等^[13]在 26.2 MPa 和 70 °C 条件下,以氯仿和异丙醇(90:10, 体积比)为添加剂进行超临界二氧化碳萃取 30 min,方法适用于毛发中苯丙胺类物质的检测。Cirimele 等^[14]在 31.03 MPa 和 25 °C 条件下,以甲醇-三乙胺-水(2:2:1, 体积比)为添加剂进行超临界二氧化碳萃取 20 min,方法适用于毛发中阿片类物质的检测。Brewer 等^[15]在 29.6 MPa 和 145 °C 条件下,以甲醇为添加剂进行超临界二氧化碳萃取 80 min(静态萃取 5 min,动态萃取 75 min),方法亦适用于毛发中阿片类物质的检测。但是以上超临界二氧化碳萃取方法只适用于单一类型精神药物,且总体萃取效率低。本文通过改进毛发样本包裹材料以及萃取夹带剂体系,优化超临界二氧化碳萃取条件,并结合高效液相色谱-串联质谱,开发了一种具有普适性的毛发中 11 种常见精神药物的提取和检测方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent 1290 II-6470 Triple Quad 高效液相色谱-串联三重四极杆质谱联用仪(美国 Agilent 公司), SFT-110XW 超临界 CO₂ 萃取仪(美国赛普泰克有限公司), Water Purification System 超纯水机(美国 Millipore 公司), TDZ5-WS 离心机(湖南赛特湘仪离心机仪器有限公司), Vortex kylin-bell@5 旋涡混合仪(美国其林贝尔仪器制造有限公司), KQ-250DE 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司), HGC-12D 氮气浓缩仪(天津市恒奥科技发展有限公司)。

甲基苯丙胺(MAMP)、苯丙胺(AMP)、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺(MDMA)、3,4-亚甲二氧基苯丙胺(MDA)、氯胺酮(Ketamine)、去甲氯胺酮(Norketamine)、可卡因(Cocaine)、苯甲酰爱康宁(BZE)、6-单乙酰吗啡(6-MAM)、吗啡(MOP)、可待因(Codeine)标准品(质量浓度均为 1.0 mg/mL)均购自美国 Cerilliant 标准品公司;乙腈、甲醇和正己烷为色谱纯(99.99%),购自德国 Merck 公司;乙酸铵、甲酸为质谱纯,购自百灵威试剂公司;三氟乙酸(99.9%)购自阿拉丁试剂公司;实验用水由 Milli-Q 纯水系统制备;钢丝网(300、800 目)购于深圳方艺科技有限公司。

标准储备液(1.0 μg/mL):准确量取质量浓度均为 1.0 mg/mL 的 11 种精神药物标准品 10 μL,分别置于 10 mL 容量瓶中,用少量甲醇溶解后定容至刻度,即得。

标准曲线样品:将 1.0 μg/mL 标准储备液分别稀释 10 倍和 100 倍,得到 100、10 ng/mL 的标准液,精确称量(20.0 ± 0.1) mg 空白毛发各 6 份,加适量丙酮至完全浸没毛发后,依次添加 20 μL 10 ng/mL 的标准液,10、20、80 μL 100 ng/mL 的标准液,以及 10、20 μL 1.0 μg/mL 的标准液,充分振荡摇匀后过夜至丙酮挥干,得到毛发中加标量为 0.01、0.05、0.1、0.4、0.5、1 ng/mg 的样品,经 SFE 萃取后,氮气吹干,添加 100 μL 甲醇稀释,得到质量浓度分别为 2、10、20、80、100、200 ng/mL 的标准曲线样品,采用基质匹配标准曲线定量。

毛发样品来源于深圳宝安戒毒所 5 名吸毒人员(编号为 SZNTMF0007-0011),经深圳市生物医学伦理审查委员会批准(深圳伦审[2018]第(001)号)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备 依次用超纯水和丙酮对毛发样品进行洗涤,晾干后剪碎至 0.1~0.5 mm 长。萃取系统空白样品:制备钢丝网包(300~800 目,1 cm × 1 cm),不添加任何样品,用于监控萃取系统是否有干扰。空白毛发样品:准确称量 20 mg 剪碎后的空白毛发样品,置于上述钢丝网包中待测,以 11 种常见精神药物均为未检出进行空白确认,用于后续标准曲线建立以及方法精密度和回收率实验。添加样品、质控样品:准确称量 20 mg 剪碎后的无吸毒人员毛发样品,添加一定量混合标准溶液,晾干后置于钢丝网包中,待测。实际毛发样品:准确称量 20 mg 剪碎后的吸毒人员毛发样品,洗涤晾干后置

于钢丝网包中, 待测。

1.2.2 SFE 萃取步骤 将包裹 20 mg 毛发样品的钢丝网包置于萃取釜中; 控制夹带剂(5% 三氟乙酸-95% 甲醇)以 1.5 mL/min 流入萃取釜中, 保持 1 min 后关闭; 调节 CO₂ 流速至 8 mL/min, 将萃取釜升温至 130 °C, 出口温度设为 60 °C, 待温度稳定后开始增压。当压力增至 31.03 MPa, 开始计算静态萃取时间, 4 min 后打开夹带剂泵, 以 0.5 mL/min 流速添加至萃取釜内, 同时打开萃取釜出口阀门, 开始计算动态萃取时间, 收集 5 min 后完毕; 浓缩后定容至 100 μL 上机分析。

1.2.3 色谱条件 色谱柱: Poloshell 120 EC-C₁₈(150 mm×2.0 mm×2.7 μm); 柱温: 30 °C; 流速: 0.2 mL/min; 进样量: 1 μL; 柱温: 30 °C; 流动相: A 为 20 mmol/L 乙酸铵和 0.1% 甲酸水溶液, B 为乙腈; 梯度洗脱程序: 0~3.50 min, 10%~25% B; 3.50~4.50 min, 25%~95% B; 4.50~5.00 min, 95% B; 5.00~5.01 min, 95%~10% B; 5.01~6.50 min, 10% B。

1.2.4 质谱条件 离子源: 电喷雾电离(ESI), 正离子模式; 检测方式: 多反应监测(MRM); 喷嘴电压: 500 V; 毛细管电压: 4 000 V; 干燥气温度: 300 °C; 干燥气流速: 11 L/min; 鞘气温度: 350 °C; 鞘气流速: 11 L/min。11 种常见精神药物的毛细管出口电压、碰撞能量、加速电压及保留时间见表 1。

表 1 11 种常见精神药物的多反应监测参数及保留时间

Table 1 MRM parameters and retention times for 11 common psychotropic drugs

No.	Compound	Parent ion (<i>m/z</i>)	Fragment ion (<i>m/z</i>)	Fragmentor (V)	Collision energy (V)	Accelerate voltage(V)	Retention time (min)
1	Morphine(吗啡)	286.2	165.0, 201.0*	145	44, 28	4, 4	2.72
2	Codeine(可待因)	300.2	165.1*, 128.1	166	40, 60	4, 4	4.15
3	6-Monoacetylmorphine(6-单乙酰吗啡)	328.2	211.0, 165.0*	194	24, 44	3, 3	4.71
4	Amphetamine(苯丙胺)	136.1	91.1*, 65.0	85	17, 45	3, 3	4.74
5	3, 4-Methylenedioxyamphetamine (3, 4-亚甲二氧基苯丙胺)	180.1	163.1*, 105.1	80	8, 24	4, 4	4.93
6	Methamphetamine(甲基苯丙胺)	150.1	91.1*, 65.1	75	20, 44	4, 4	5.12
7	3, 4-Methylenedioxymethamphetamine (3, 4-亚甲二氧基甲基苯丙胺)	194.1	163.2*, 105.2	85	10, 25	5, 5	5.24
8	Benzoylcegonine(苯甲酰爱康宁)	290.1	168.2*, 105.2	150	20, 32	5, 5	5.31
9	Norketamine(去甲氯胺酮)	224.1	207.1*, 125.0	150	10, 20	3, 3	5.56
10	Ketamine(氯胺酮)	238.1	179.1, 128.1, 125.0*	103	12, 56, 28	4, 4, 3	5.75
11	Cocaine(可卡因)	304.2	182.1*, 82.0	113	16, 48	3, 3	6.10

* quantitative ion

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

本文 11 种常见精神药物均为含氮原子的碱性化合物, 流动相中需添加甲酸酸化。以乙腈-20 mmol/L 乙酸铵和 0.1% 甲酸水溶液为流动相, 可有效消除峰形拖尾现象, 并能减少离子抑制效应, 增加目标物的响应值。在“1.2.3”条件下进行梯度洗脱, 可在 10 min 内完成 11 种常见精神药物的分离检测, 且分离度好, 峰形尖锐。11 种常见精神药物的 MRM 色谱图见图 1。

2.2 质谱条件的优化

在 ESI 正离子模式下, 分别对 11 种常见精神药物的单一标准溶液进行质谱条件优化。在喷嘴电压 500 V、毛细管电压 4 000 V、干燥气温度 300 °C、干燥气流速 11 L/min、鞘气温度 350 °C、鞘气流速 11 L/min 条件下, 使用全扫描(SCAN)模式选取各药物的[M+1]峰作为母离子, 在单离子监测(SIM)模式下进行二级质谱扫描, 分别优化了毛细管出口电压、碰撞池能量、加速电压等质谱参数,

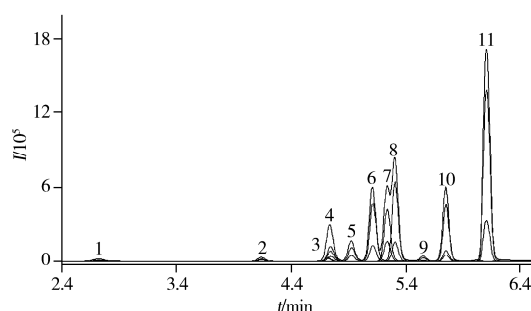


图 1 11 种常见精神药物的 MRM 色谱图

Fig. 1 MRM spectra of 11 common psychotropic drugs the peak numbers denoted were the same as those in Table 1

最终确定各精神药物的多反应监测参数见表 1。

2.3 样品前处理的优化

以最具代表性的 6-单乙酰吗啡、甲基苯丙胺、可卡因、氯胺酮为目标物制备加标 0.2 ng/mg 的毛发样品, 甲醇为夹带剂, 分别考察了 SFE 萃取温度、压力以及静态和动态萃取时间对萃取效率的影响。结果显示, 萃取效率随着萃取温度的升高而增大, 温度达 130 °C 时的萃取效率最高, 随着温度进一步升高, 萃取效率有所下降, 这可能是由于毒品在高温下部分分解所致。而萃取压力对 4 种毒品萃取效率的影响较为平缓, 随着压力的升高, 萃取效率有所提升, 当压力达 31.03 MPa 时, 萃取效率最高, 此后增加萃取压力, 萃取效率变化不大。此外, 延长静态和动态萃取时间有助于增加 4 种毒品的萃取效率, 但静态和动态萃取时间分别超过 4、5 min 后萃取效率反而下降。综上, 确定最佳 SFE 萃取温度为 130 °C, 压力为 31.03 MPa, 静态和动态萃取时间分别为 4、5 min。

分别以乙腈、甲醇、乙醇、乙酸乙酯、5% 甲酸-95% 甲醇、5% 三氟乙酸-95% 甲醇、5% 五氟乙酸-95% 甲醇为夹带剂, 考察了其对上述加标样品中 4 种毒品萃取效率的影响。结果表明, 以 5% 三氟乙酸-95% 甲醇为夹带剂时 4 种毒品的萃取回收率最高, 这可能是由于碱性的毒品分子与有机强酸形成了离子对有机盐, 增加了其在水-甲醇中的溶解度, 因此选择 5% 三氟乙酸-95% 甲醇作为夹带剂。

进一步对比了 SFE 萃取、甲醇超声提取以及 5% 盐酸溶液提取 3 种方法对加标 0.2 ng/mg 的毛发样品中 4 种毒品的相对提取效率。结果显示, 甲醇超声提取法对于 4 种毒品的回收率为 73.1%~81.4%, 萃取时间为 1 h; 5% 盐酸溶液提取法的回收率为 72.7%~80.1%, 萃取时间为 12 h。而 SFE 萃取法的回收率最高(85.2%~88.6%), 萃取时间最短(0.18 h)。

2.4 标准曲线与检出限

按照“1.1”方法制备质量浓度分别为 2、10、20、80、100、200 ng/mL 的标准曲线样品, 每个浓度平行测定 6 次取平均值, 分别以质量浓度(ng/mL)为横坐标, MRM 响应峰面积为纵坐标进行曲线拟合。结果表明, 11 种目标物均在 2~200 ng/mL 范围内呈良好线性, 相关系数(r^2)均大于 0.999。将添加系列质量浓度标准品的毛发样品按照本方法进行前处理后上机检测, 以信噪比(S/N)接近 3 时的浓度为方法检出限(LOD), 以 S/N 接近 10 时的浓度为定量下限(LOQ), 得到方法 LOD 为 0.01~0.05 ng/mg, LOQ 为 0.03~0.10 ng/mg(见表 2)。

表 2 方法的相关系数、检出限(LOD)、定量下限(LOQ)、回收率及相对标准偏差
Table 2 Correlation coefficients, limits of detection, limits of quantitation, recoveries and relative standard deviations of the method

Compound	r^2	LOD (ng/mg)	LOQ (ng/mg)	Spiked (ng/mg)	Average value (ng/mg)	Recovery (%)	RSD (%)
6-Monoacetylmorphine	0.999 9	0.01	0.03	0.05,0.20,0.40	0.044,0.173,0.345	88.4,86.4,86.3	2.2,2.3,1.3
Amphetamine	0.999 8	0.02	0.05	0.05,0.20,0.40	0.042,0.171,0.360	84.3,85.4,90.1	1.9,1.4,1.7
Benzoylcegonine	0.999 5	0.01	0.03	0.05,0.20,0.40	0.042,0.175,0.361	84.0,87.5,90.2	1.7,1.0,1.5
Cocaine	0.999 9	0.01	0.03	0.05,0.20,0.40	0.044,0.174,0.354	88.1,87.1,88.4	1.5,1.1,0.50
Codeine	0.999 9	0.01	0.05	0.05,0.20,0.40	0.041,0.167,0.346	82.5,83.6,86.5	3.1,1.7,1.4
Ketamine	0.999 6	0.01	0.05	0.05,0.20,0.40	0.042,0.170,0.353	84.1,85.2,88.2	1.2,0.80,0.63
3,4-Methylenedioxyamphetamine	0.999 7	0.02	0.05	0.05,0.20,0.40	0.044,0.190,0.353	88.4,94.8,88.2	1.0,1.3,0.68
3,4-Methylenedioxymethamphetamine	0.999 9	0.01	0.03	0.05,0.20,0.40	0.043,0.176,0.351	86.6,88.2,87.8	1.3,1.2,0.94
Methamphetamine	0.999 7	0.01	0.03	0.05,0.20,0.40	0.044,0.177,0.351	87.7,88.7,87.8	1.3,1.4,1.6
Morphine	0.999 5	0.05	0.10	0.05,0.20,0.40	0.042,0.182,0.349	83.1,90.8,87.2	1.7,3.4,1.0
Norketamine	0.999 4	0.05	0.10	0.05,0.20,0.40	0.041,0.172,0.346	81.6,85.8,86.5	2.2,1.1,1.7

2.5 回收率与相对标准偏差

取空白毛发样品分别进行 3 个浓度水平(0.05、0.20、0.40 ng/mg)的加标回收实验, 按照本方法平行测定 6 次, 计算其回收率和相对标准偏差(RSD)。由表 2 可知, 11 种目标化合物在 3 个加标水平下的回收率为 81.6%~94.8%, RSD 为 0.50%~3.4%。

2.6 案例应用

取 20 mg 实际吸毒人员的毛发样品, 按照本方法进行前处理和检测。典型样品(编号 SZNTMF0007)的

MRM 图谱见图 2, 该样品检出 6-单乙酰吗啡、可待因及吗啡, 含量分别为 6.0、12、14 ng/mg, 其中 6-单乙酰吗啡为海洛因的特征代谢物, 与吸毒人员吸食海洛因的事实相吻合。样品 SZNTMF0008 检出甲基苯丙胺和苯丙胺, 含量分别为 51、10 ng/mg, 与吸毒人员吸食冰毒的事实相吻合; 样品 SZNTMF0009 检出氯胺酮、去甲氯胺酮和 3, 4-亚甲二氧基甲基苯丙胺, 含量分别为 16、7、54 ng/mg, 与吸毒人员吸食 K 粉(氯胺酮)的事实相吻合; 样品 SZNTMF0010 检出可卡因、苯甲酰爱康宁以及甲基苯丙胺, 含量分别为 35、25、38 ng/mg, 与吸毒人员吸食可卡因和冰毒的事实相吻合; 样品 SZNTMF0011 检出苯丙胺、甲基苯丙胺、氯胺酮以及去甲氯胺酮, 含量分别为 16、36、30、19 ng/mg, 与吸毒人员吸食冰毒和 K 粉的事实相吻合。

分别采用本方法的 SFE 条件与最新发布的司法鉴定技术规范 SF/Z JD0107025-2018^[16]的前处理条件对 SZNTMF0008 样品进行处理, 采用标准方法检出甲基苯丙胺和苯丙胺的含量分别为 43、8.9 ng/mg。本方法的定量结果略高于标准方法, 主要原因是标准方法采用甲醇冰浴超声提取 30 min, 提取温度低使得提取效率略有下降。

另取 SZNTMF0008 样品经剪碎(0.1~0.5 mm)处理, 与液氮冷冻研磨处理后进行 SFE 提取对比, 发现后者的定量结果略高, 检出甲基苯丙胺和苯丙胺的含量分别为 76、18 ng/mg。主要原因是毛发样品经磨碎后目标物更易被提取。综合考虑前处理效率, 本研究采用简易的毛发剪碎前处理方法。

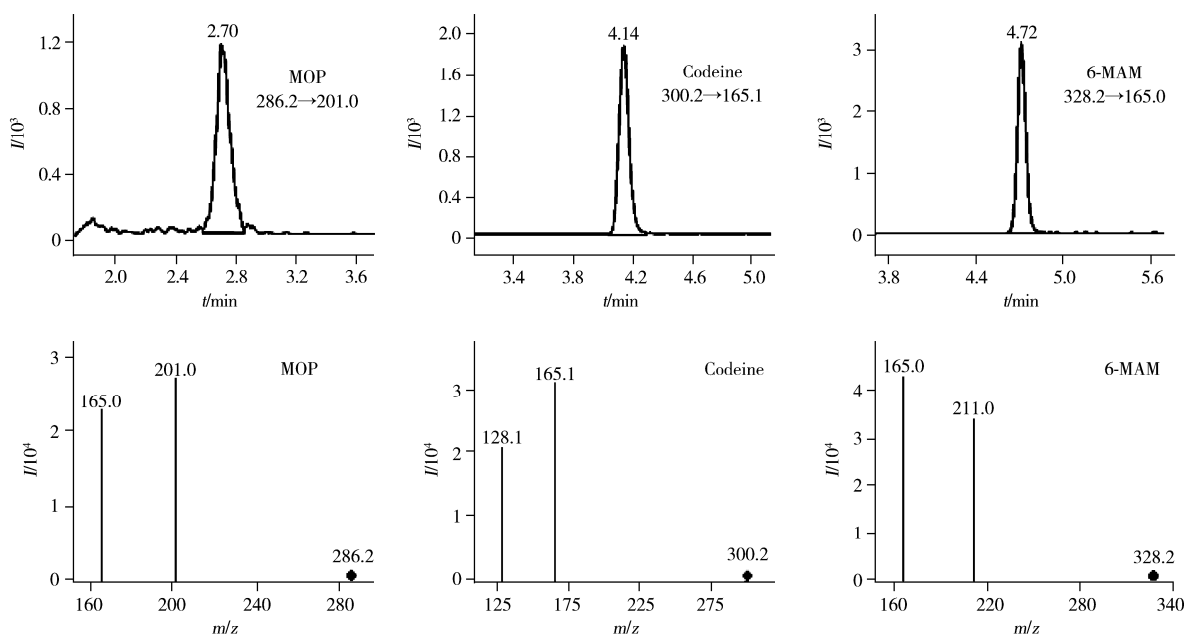


图 2 典型样品的 MRM 图谱(SZNTMF0007)

Fig. 2 MRM spectra of typical sample(SZNTMF0007)

3 结 论

本文建立了一种超临界二氧化碳萃取结合高效液相色谱-串联质谱对毛发中 11 种常见精神药物进行定性和定量的检测方法。该方法可在 7 min 内实现 11 种待测物的良好分离, 精密度、线性关系和灵敏度等指标满足人体毛发中常见精神药物的分析要求, 可为公安和司法等相关部门执法提供有力的技术支持。

参考文献:

- [1] Wada M, Ikeda R, Kuroda N, Nakashima K. *Anal. Bioanal. Chem.*, **2010**, 397 (3): 1039-1067.
- [2] Pragst F, Balikova M A. *Clin. Chim. Acta*, **2006**, 370(1/2): 17-49.
- [3] Vogliardi S, Tucci M, Stocchero G, Ferrara S D, Favretto D. *Anal. Chim. Acta*, **2015**, 857: 1-27.
- [4] Li L, Wang Z Y, Zhou Y, Zhang C, Cui H Y, Xiong X N, Zhong J Q, Li Z H, Wu Z, Yuan F M, Qin Y R, Zhang M. *J. Instrum. Anal.* (李莉, 万子彦, 周颖, 张闯, 崔红艳, 熊肖男, 钟家棋, 李宗豪, 吴真, 袁凤鸣, 秦雅茹, 张明. 分析测试学报), **2018**, 37(12): 1485-1489.

- [5] Li X G, Qiao Y S, Chen W, Feng Y J, Zhu Y, Hu H. *J. Instrum. Anal.* (李兴根, 乔勇升, 陈伟, 冯寅洁, 朱渊, 胡慧. 分析测试学报), **2018**, 37(4): 446–451.
- [6] Wang J, Zhang Z H, Mai X X, Xiao Q, Zhai C P, Liu Y F, Zheng J G, Li G K. *J. Instrum. Anal.* (王晶, 张子豪, 麦晓霞, 肖前, 翟翠萍, 刘莹峰, 郑建国, 李攻科. 分析测试学报), **2018**, 37(5): 570–575.
- [7] Zhang C S, Zhai W F. *J. Instrum. Anal.* (张春水, 翟晚枫. 分析测试学报), **2016**, 35(3): 264–270.
- [8] Wei Y J, Feng M, Huang J, Zhu Z Y, He J, Shen J R, He Z H, Qin X, Ding T. *J. Instrum. Anal.* (魏云计, 冯民, 黄娟, 朱臻怡, 何健, 沈金荣, 何正和, 秦娴, 丁涛. 分析测试学报), **2018**, 37(6): 729–733.
- [9] Li J, Qiu H Y, Jia Y B, Wang H Q, Li W. *J. Instrum. Anal.* (励炯, 邱红钰, 贾彦博, 王红青, 李玮. 分析测试学报), **2018**, 37(3): 307–312.
- [10] Zheng L, Lin L, Cao G Z, Wang Q, Jin X Z, Wei B W, Cao L H. *J. Instrum. Anal.* (郑琳, 林力, 曹国洲, 王谦, 金献忠, 卫碧文, 曹良惠. 分析测试学报), **2014**, 33(1): 51–56.
- [11] Staub C. *Forensic Sci. Int.*, **1997**, 84: 295–304.
- [12] Sachs H, Raff I. *Forensic Sci. Int.*, **1993**, 63: 207–216.
- [13] Allena D L, Oliver J S. *Forensic Sci. Int.*, **2000**, 107: 191–199.
- [14] Cirimele V, Kintz P. *J. Chromatogr. B*, **1995**, 673: 173–181.
- [15] Brewer W E, Galipo R C, Sellers K W, Morgan S L. *Anal. Chem.*, **2001**, 73: 2371–2376.
- [16] SF/Z JD0107025–2018. Detection of 15 Illicit Drugs and Metabolites in Hair by Liquid Chromatography–Tandem Mass Spectrometry. Beijing: China Standards Press(毛发中 15 种毒品及代谢物的液相色谱–串联质谱检验方法. 北京: 中国标准出版社), **2018**.

(责任编辑: 丁 岩)

中国环境监测总站征集六项标准制修订合作单位

在我国环境监测标准中, 涉及到在线仪器或者便携式仪器的标准, 大部分是由中国环境监测总站完成。2019 年度标准制定任务中, 中国环境监测总站有 6 个固定污染源监测标准, 研究期限均为 2 年。

大多数情况下, 中国环境监测总站都是独立起草。此次, 中国环境监测总站向社会公开征集具有相应研究能力的合作单位参加标准规范的研究编制。

具体标准如下:

序号	项目名称
1	《排污口及监测平台规范化设置技术规定》制修订项目
2	《固定污染源废气一氧化碳、氧化氢自动监测技术规定》制修订项目
3	《固定污染源废气氨、氯化氢的测定 傅里叶红外吸收法》制修订项目
4	《固定污染源废气非甲烷总烃自动监测技术规范》制修订项目
5	《固定污染源废气总烃/甲烷/非甲烷总烃的测定 便携式催化氧化-氢火焰离子化检测器法》制修订项目
6	《固定污染源废气总烃/甲烷/非甲烷总烃的测定 便携式气相色谱-氢火焰离子化检测器法》制修订项目

研究内容如下:

(1) 环境管理及相关情况调研

综合梳理国家生态环境保护政策、法律、法规和标准, 特别是污染防治攻坚、污染物排放控制、排污许可等方面, 进行充分地需求分析, 说明制订该标准的目的及意义。

(2) 国内外标准情况调研分析

梳理统计国内和国外标准的情况, 说清本标准与其他标准的关系、标准体系的协调性和配套性等。

(3) 协助组织开展研究试验

对于监测方法标准, 应协助按照 HJ 168 的要求, 设计和开展方法特性试验、干扰和消除试验、同现行方法标准的同步比对试验、6 家实验室的方法验证试验等。

(4) 协助编制标准规范的相关文本及编制说明等

协助编制标准草本、开题论证报告以及各个环节的标准规范文本及编制说明。

经费预算: 每个项目 20 万元

(信息来源: 仪器信息网)