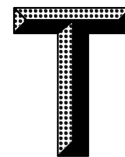


ICS 01.040.13  
CCS Z 10



团 体 标 准

T/CSES 206—2025

# 环境多介质新污染物气相色谱/液相色谱 串联高分辨质谱非靶标筛查技术规范

Technical specification for nontarget screening analysis of new pollutants in  
multiple environmental matrices by gas/liquid chromatography tandem  
high-resolution mass spectrometry

2025-06-27 发布

2025-06-27 实施

中国环境科学学会 发布  
中国标准出版社 出版



## 目 次

前言 .....	Ⅲ
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 工作流程 .....	2
5 样品的采集和保存 .....	3
6 样品前处理 .....	3
7 仪器分析 .....	4
8 数据处理 .....	4
9 质量保证与质量控制 .....	10
10 废物处理 .....	11
附录A(资料性) 推荐的仪器分析方法 .....	12
附录B(资料性) 典型色谱峰图 .....	16
附录C(资料性) 筛查方法的环境应用案例 .....	17
参考文献 .....	21



## 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。

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专利的责任。

本文件由中国环境科学学会提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院生态环境研究中心、国科大杭州高等研究院、中国环境监测总站、北京师范大学、赛默飞世尔科技(中国)有限公司。

本文件主要起草人：傅建捷、李鹏扬、王业耀、金小伟、阴琨、车金水、徐驰、黄凯、朱豹、符杰、朱国华、张波涛。



# 环境多介质新污染物气相色谱/液相色谱 串联高分辨质谱非靶标筛查技术规范

## 1 范围

本文件规定了环境领域中新污染物气相色谱/液相色谱串联高分辨质谱非靶标筛查的工作流程、样品的采集和保存、样品前处理、仪器分析、数据处理、质量保证与质量控制、废物处理的内容。

本文件适用于水体(地表水、污水、海水、地下水和饮用水)和沉积物(土壤)等环境与水生生物样品(水产品与维管植物类)中新污染物(如全氟/多氟烷基化合物、多环芳烃、紫外线吸收剂、液晶单体、药物和个人护理品、农药、对苯二胺类抗氧化剂、氯化石蜡、有机磷化合物等)的筛查。

## 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 17378.3—2007 海洋监测规范 第3部分:样品采集、贮存与运输  
GB 17378.5—2007 海洋监测规范 第5部分:沉积物分析  
GB 29682—2013 食品安全标准 水产品中青霉素类药物多残留的测定 高效液相色谱法  
GB 29705—2013 食品安全标准 水产品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯多残留的测定 气相色谱法  
GB/T 32722—2016 土壤质量 土壤样品长期和短期保存指南  
HJ 91.1—2019 污水监测技术规范  
HJ 91.2—2022 地表水环境质量监测技术规范  
HJ 164—2020 地下水环境监测技术规范  
HJ/T 166—2004 土壤环境监测技术规范  
HJ 442.3—2020 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测  
HJ 442.4—2020 近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测  
HJ 494—2009 水质 采样技术指导  
HJ 495—2009 水质 采样方案设计技术规定  
HJ 613—2011 土壤 干物质和水分的测定 重量法  
HJ 710.7—2014 生物多样性观测技术导则 内陆水域鱼类  
HJ 710.8—2014 生物多样性观测技术导则 淡水底栖大型无脊椎动物  
HJ 710.12—2016 生物多样性观测技术导则 水生维管植物  
HJ 1296—2023 水生态监测技术指南 湖泊和水库水生生物监测与评价(试行)  
SC/T 9102.3—2007 渔业生态环境监测规范 第3部分:淡水

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**新污染物 new pollutants**

排放到环境中的,具有生物毒性、环境持久性、生物累积性等特征,对生态环境或人体健康存在较大风险,但尚未纳入管理或现有管理措施不足的有毒有害化学物质。

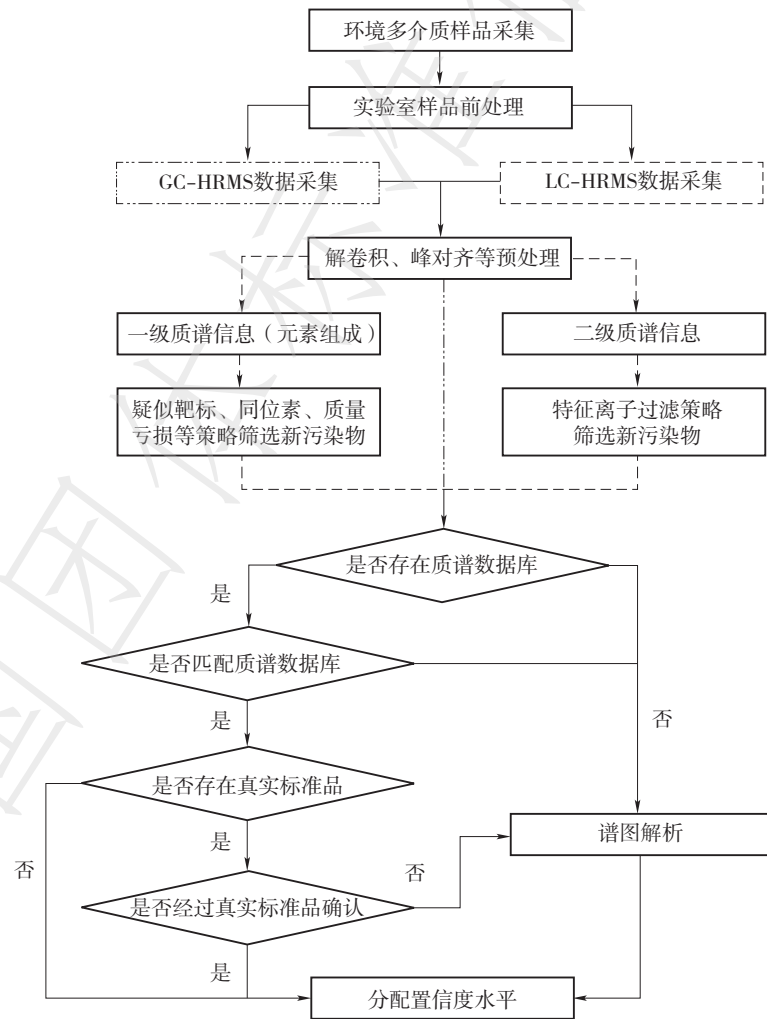
3.2

**非靶标筛查 nontarget screening analysis**

一种全面分析环境样品中有机污染物的技术方法,其利用色谱-高分辨率质谱联用技术,通过污染物的色谱保留行为、质谱响应特征、碎片离子和相对同位素丰度等信息,实现污染物的广谱筛查。

4 工作流程

新污染物筛查包括样品采集、保存、前处理、仪器分析、数据预处理、数据挖掘(筛查)、结构鉴定、质量保证与质量控制等步骤。具体而言,基于色谱-高分辨率质谱联用技术对前处理后环境样品进行分析,经质谱数据预处理后,利用一级和二级质谱信息,结合公开谱图数据库、质谱碎裂模式等方法推导可能的分子结构,实现在不依赖真实标准品和不针对特定目标污染物条件下,对新污染物的全面分析(见图1)。



标引符号说明: ←——共同技术路线 ←---GC-HRMS 特定路线 ←--LC-HRMS 特定路线  
 注: GC-HRMS,气相色谱高分辨率质谱联用仪;LC-HRMS,液相色谱高分辨率质谱联用仪。

图1 非靶标筛查工作流程

## 5 样品的采集和保存

### 5.1 水样

按照 GB 17378.3—2007、HJ 91.1—2019、HJ 91.2—2022、HJ 164—2020 和 HJ 442.3—2020 的相关规定进行样品采集。采样工具包括采样器、样品瓶及其他所需辅助设备,其中与样品直接接触的部分应根据筛查的目标选择合适的材质,避免使用可能造成污染、对样品有吸附的材质。样品瓶可采用棕色玻璃采样瓶以减少新污染物的光降解。若采集后样品的 pH 不在 7~8,可用甲酸或氨水调节其 pH 至 7~8,在 4℃ 以下冷藏、避光运输和保存。保存时间取决于所分析的新污染物组分。筛查对象包含酚类、酯类等易降解新污染物的样品,应在 24 h 内完成前处理和分析。对于难降解的新污染物(如全氟/多氟烷基化合物等)的筛查,样品保存时间可延长至 14 d。采集样品时应同时采集全程序空白样品。用采样瓶装满超纯水带至采样现场,采样时将超纯水转移至另一个采样瓶中,作为全程序空白样品,随实际样品一起保存并运输至实验室进行分析。

### 5.2 沉积物(土壤)样品

水体沉积物样品按照 HJ 494—2009、HJ 495—2009、HJ 91.1—2019 和 HJ 91.2—2022 的相关要求采集,海洋沉积物样品按照 HJ 442.4—2020 和 GB 17378.5—2007 的相关要求采集,土壤样品按照 HJ/T 166—2004、HJ 613—2011 和 GB/T 32722—2016 的相关要求采集。采样工具应使用铁质或不锈钢材质,避免使用塑料材质。样品置于洁净的铝箔纸或棕色玻璃样品瓶中保存,尽快运回实验室处理,运输过程中应保持低于 -20℃、密封和避光。如不能及时处理样品,应参照 HJ/T 166—2004 在 4℃ 以下避光冷藏,保存时间为不超过 7 d。除去样品中的异物(植物、石子等),用真空冷冻干燥仪干燥,研磨后置于玻璃样品瓶中,密封,标识后置于 -20℃ 保存。如筛查对象包含易降解的新污染物(如药物和个人护理品),建议保存时间不超过 7 d。如筛查对象为持久性有机污染物,保存时间可延长至 30 d。具体保存时间也可根据筛查的新污染物种类进行评估。

### 5.3 水生生物样品

水生生物样品按照 GB 29705—2013、GB 29682—2013、HJ 1296—2023、HJ 710.7—2014、HJ 710.8—2014、HJ 710.12—2016 和 SC/T 9102.3—2007 的相关要求采集。采样过程应选择合适材质制品,样品置于洁净的铝箔纸或棕色玻璃样品瓶或聚乙烯样品瓶中保存,尽快运回实验室处理,运输过程中应保持低于 -20℃。应对鱼类的肌肉、肝脏等组织进行解剖,虾蟹、贝类去壳,所有生物样品切成小块后用真空冷冻干燥仪干燥,用粉碎机制成干粉后置于玻璃样品瓶中,密封,标识后置于 -20℃ 保存。基于筛查目的选取特定组织如肌肉、脾脏等或者组织混合样进行前处理和分析。如筛查对象包含易降解的新污染物(如药物和个人护理品),建议保存时间不超过 7 d。如筛查对象为持久性有机污染物,保存时间可延长至 30 d。具体保存时间也可根据筛查的新污染物种类进行评估。

## 6 样品前处理

### 6.1 基本原则

非靶标筛查中样品前处理的基本原则是最大限度提取目标物,同时减少基质干扰和背景污染,确保后续仪器分析的灵敏度和准确性。由于新污染物种类繁多,不同性质的污染物在不同环境介质中的样品前处理方法及分析方法各不相同,因此需要根据不同的监测需求和筛查目的,选定合适的样品处理方法。

## 6.2 水样

水样的前处理可采用液液萃取、固相萃取、分散固相萃取、固相微萃取以及在线固相萃取等方法。其中,液液萃取适用于高脂溶性污染物的提取,可采用非极性(如正己烷、乙酸乙酯)或弱极性(如二氯甲烷)或其混合溶剂作为萃取剂。

## 6.3 沉积物(土壤)样品

沉积物(土壤)样品可采用索氏提取、超声辅助萃取、微波辅助萃取、加速溶剂萃取等方法提取,样品提取后需要根据非靶标分析需求进一步采用柱层析、固相萃取等方法对提取液进行净化。对于非极性和弱极性污染物的净化可选择正相层析柱(吸附剂为硅胶、氧化铝、弗罗里硅土等)。依据目标物的性质,也可以采用固相萃取的方式进行样品净化。

## 6.4 水生生物样品

水生生物样品可采用索氏提取、超声辅助萃取、微波辅助萃取、加速溶剂萃取等方法提取。在生物样本中脂肪是产生基质干扰的主要杂质,前处理过程中需要注意脂肪去除。常用的除脂方法包括冷冻离心法、酸性硅胶柱层析法、凝胶渗透色谱法等。对于基质干扰较强的生物样本,可采用组合方法进行样品净化,如先采用凝胶渗透色谱去除生物分子干扰,再经过正相层析柱进一步纯化。酸性硅胶具有强氧化性,在除脂的同时可能会与部分化合物反应,因此该方法仅适用于不会与其反应的新污染物(如卤代阻燃剂)。

QuEChERS技术也能用于水生生物样品的前处理,该方法将吸附剂(如乙二胺-N-丙基硅烷、石墨化炭黑等)分散到样品提取液,吸附极性杂质,达到纯化样品的效果。

## 7 仪器分析

非靶标筛查中仪器分析方法的基本原则是尽可能全面地检测环境样品中的目标物,同时保证有较好的信号响应,确保后续数据处理、结构鉴定等步骤能够准确完成。由于新污染物种类繁多,不同性质的污染物要求的仪器分析方法存在差异,因此需要根据不同的监测需求和筛查目的,选定合适的仪器分析方法,仪器分析参考条件参见附录A。不同类型的色谱高分辨质谱联用仪能够检测的新污染物类型不同:

- a) 气相色谱高分辨率质谱联用仪:用于分析热稳定性、挥发性和中等中性的新污染物,如多环芳烃、氯化石蜡、多氯联苯、液晶单体等;
- b) 液相色谱高分辨率质谱联用仪:用于分析弱极性和极性的新污染物,如全氟/多氟烷基化合物、紫外线吸收剂、药物和个人护理品等。

## 8 数据处理

### 8.1 数据预处理

高分辨率质谱数据预处理包括过滤、解卷积、峰对齐、空值填充、数据归一化和缩放等步骤,目的是扣除背景/无关信息和同一化合物的多个同位素或加合物峰,提升定性分析的准确度和精确度。

### 8.2 新污染物筛查

新污染物筛查的总体技术要求是挑取合适的数据挖掘方法,尽可能全面地过滤出海量高分辨质谱数

据中的目标信号。推荐的数据挖掘方法包括疑似靶标筛查、同位素匹配、质量亏损过滤、特征离子过滤等。

## 8.2.1 疑似靶标筛查

### 8.2.1.1 方法说明

基于公共或自建新污染物数据库中的分子式、精确分子量、同位素峰簇分布、保留时间、二(多)级谱图等信息,通过与采集的质谱数据进行匹配分析,筛选新污染物。

高分辨质谱可以实现新污染物精确质量数的高准确性测量。因此,通过匹配新污染物在质谱中测定的质荷比与其理论单同位素质荷比,完成新污染物筛查:

- 构建拟筛查新污染物的数据库;
- 将全扫描或数据依赖型质谱数据中的前体离子信息与数据库中新污染物的理论单同位素质荷比进行匹配分析;
- 检查匹配成功的前体离子的色谱峰与电离极性;
- 对合格的前体离子逐一进行结构鉴定。

疑似靶标筛查的具体步骤及质控参数要求详见图 2。

在环境分析领域,疑似靶标筛查有时被认为是与非靶标分析平行的分析技术。需要特别说明的是,疑似靶标旨在从“未知”视角快速识别“已知的新污染物”;而采用其他筛查策略的非靶标分析则致力于基于非先验知识,发现“未知的新污染物”。与其他非靶标筛查策略相比,疑似靶标筛查通常更可靠,因其聚焦特定新污染物集合、标准品与质谱图更易获取,在结构解析中对质谱预测的依赖程度较低。因此,疑似靶标事实上是一种快速、可靠地应用非靶标技术进行新污染物筛查的方法策略。

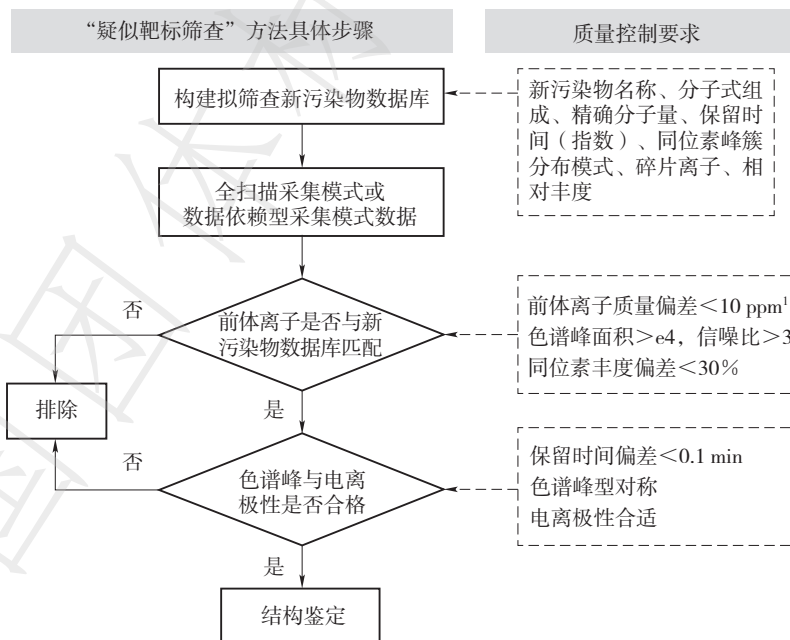


图 2 疑似靶标筛查方法的具体步骤与质量控制要求

1)  $1 \text{ ppm} = 1 \times 10^{-6}$

## 8.2.1.2 技术要求

在实施过程中,构建的新污染物数据库需要涵盖新污染物名称、分子式组成、精确分子量等基础信息,同时建议包含保留时间(指数)、同位素峰簇分布模式、碎片离子、相对丰度等信息。阳性匹配结果建议满足如下条件:前体离子的质量偏差不超过 10 ppm,色谱峰面积大于  $1e4$  且信噪比不低于 3,同位素丰度偏差不超过 30%,保留时间偏差不超过 0.1 min,峰型对称(参见附录 B),电离极性合适。如果数据库中含有碎片离子信息,质量偏差建议不超过 20 ppm(当质荷比小于 200,绝对质量偏差不超过 1 mDa),相对丰度偏差不超过 5%,谱图相似性得分不低于 0.7。

该方法适用于高通量快速筛查识别环境样品中已知的和预测的疑似存在的新污染物(如内分泌干扰物、药物、农药、个人护理品、液晶单体等)。环境分析中疑似靶标筛查的实际应用案例参见附录 C 的 C.1。

## 8.2.2 同位素匹配

## 8.2.2.1 方法说明

依据化学元素特征同位素具有的固定丰度比例或质量差值和一级质谱信息实现特定结构组成的新污染物筛查识别。

新污染物分子式组成所包含的多种元素会形成特征性的同位素构成。通过提取具有固定的丰度比例或者质量差值的离子对,可以实现新污染物的筛查:

- 对全扫描或数据依赖型采集数据进行解卷积,获取同位素峰质荷比、保留时间、信号强度等一级质谱信息,进而计算同位素丰度比例或者质量差值;
- 定义所关注新污染物的特征同位素比例或差值,保留匹配成功的前体离子,并计算分子式组成;
- 检查保留的前体离子的色谱峰;
- 对合格的前体离子逐一进行结构鉴定。同位素匹配筛查的具体步骤及质控参数要求详见图 3。

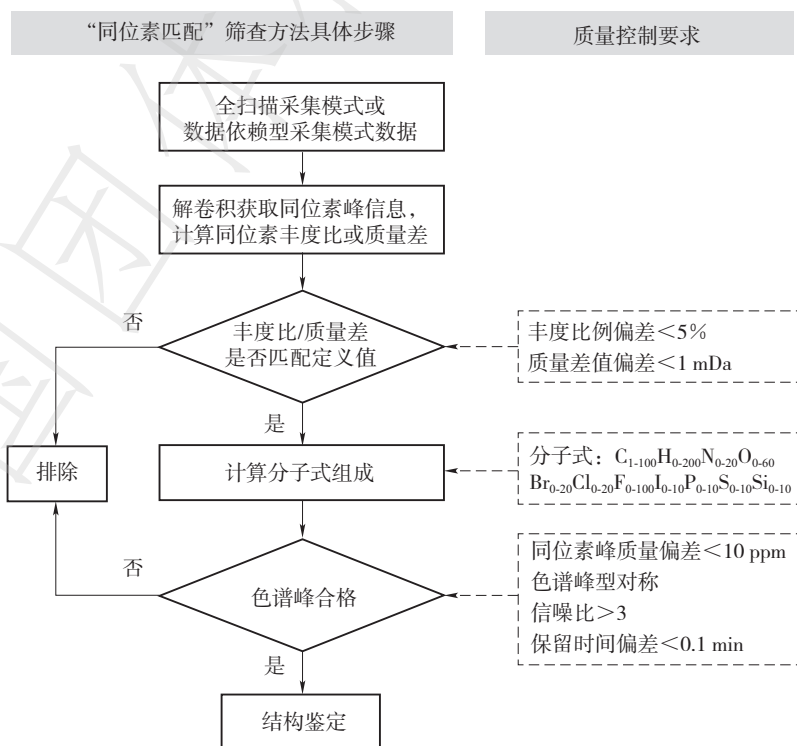


图 3 同位素匹配筛查方法的具体步骤与质量控制要求

### 8.2.2.2 技术要求

在实施过程中,建议特征同位素丰度比例和质量差值的偏差分别不超过5%和1 mDa,分子式组成范围在 $C_{1-100}H_{0-200}N_{0-20}O_{0-60}Br_{0-20}Cl_{0-20}F_{0-100}I_{0-10}P_{0-10}S_{0-10}Si_{0-10}$ 之间,同位素峰精确质量数的质量偏差不超过10 ppm,保留时间偏差不得超过0.1 min,色谱峰型对称(参见附录B),信噪比不低于3。

该方法适用于筛查识别环境样品中具有特征性同位素组成的新污染物(如含有氯、溴、碘等卤族元素的新污染物)。环境分析中同位素匹配筛查的实际应用案例参见附录C.2。

### 8.2.3 质量亏损过滤

#### 8.2.3.1 方法说明

基于高分辨质谱采集的新污染物的精确质量数与理论最近整数质量数的差值特征实现新污染物筛查识别。

结构相似化合物在质谱分析中可能产生特征性的质量亏损值。因此,根据高分辨质谱对新污染物精确质量数的准确测量和限定质量亏损范围可以实现新污染物的筛查。

- 对全扫描或数据依赖型采集数据进行解卷积,获取前体离子列表,进而计算质量亏损值。对于具有重复结构单元的新污染物(如全氟/多氟烷基化合物),可将正常质量亏损归一化为“Kendrick”质量亏损。针对不同类型新污染物,需要使用相匹配的Kendrick mass计算方法。
- 定义所关注新污染物的质量亏损范围,保留在范围内的前体离子,并计算分子式组成。
- 检查保留的前体离子的色谱峰。
- 对合格的前体离子逐一进行结构鉴定。质量亏损过滤筛查的具体步骤及质控参数要求详见图4。

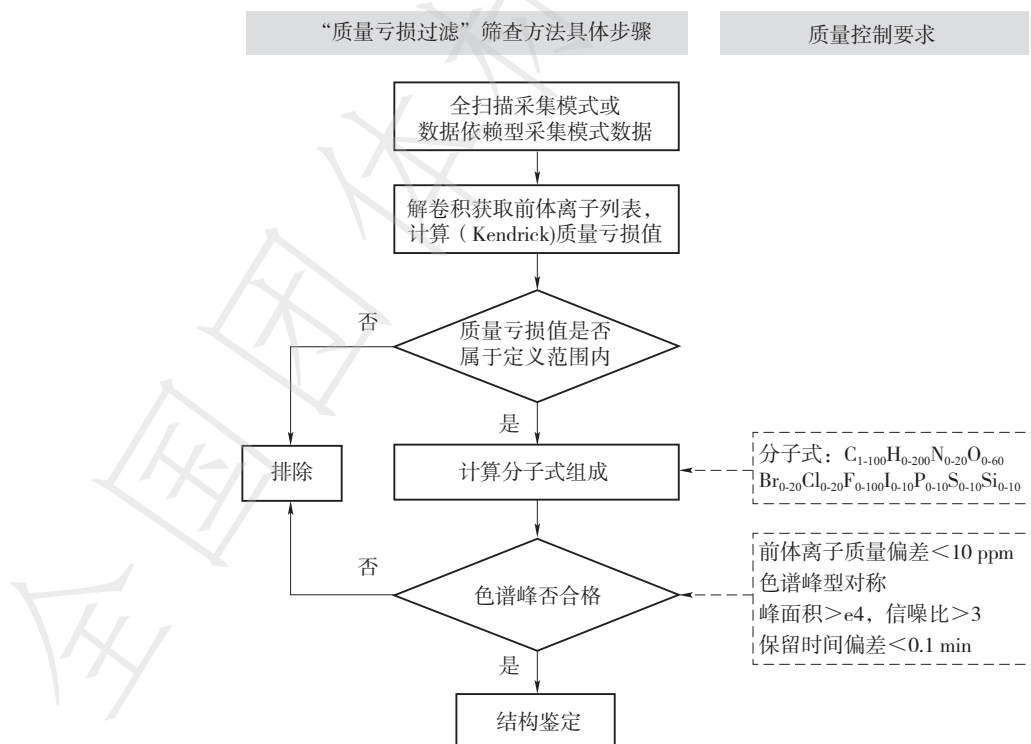


图4 质量亏损过滤筛查方法的具体步骤与质量控制要求

## 8.2.3.2 技术要求

在实施过程中,建议分子式组成范围在 $C_{1-100}H_{0-200}N_{0-20}O_{0-60}Br_{0-20}Cl_{0-20}F_{0-100}I_{0-10}P_{0-10}S_{0-10}Si_{0-10}$ 之间,前体离子的质量偏差不超过10 ppm,色谱峰型对称(参见附录B),峰面积大于 $1e4$ 且信噪比不低于3,保留时间偏差不超过0.1 min。

该方法适用于筛查识别环境样品中具有特定质量亏损值的新污染物(如全氟/多氟烷基化合物、多环芳烃等)。环境分析中质量亏损过滤筛查的实际应用案例参见附录C.3。

## 8.2.4 特征离子过滤

## 8.2.4.1 方法说明

通过检索质谱数据中的特征性碎片离子或者中性丢失片段并结合质谱特征碎裂行为筛选具有共同结构特征的新污染物。

结构相似化合物通常表现出相同的质谱碎裂行为,产生相同的质谱碎片或中性丢失片段,即特征离子。因此,可利用特征离子过滤技术反向筛查含有特定结构片段的新污染物:

- 在数据非依赖型采集数据(包括源内裂解采集数据)中提取拟筛查新污染物的特征碎片离子和/或中性丢失片段并标记其色谱保留时间;
- 从串联全扫描数据中基于标记的保留时间窗口推导对应的前体离子,并根据目标物可能的分子式组成对所有潜在的前体离子指定分子式。舍去不饱和度低于特征离子的前体离子,其余均记作前体离子候选物;
- 在数据依赖型采集数据中检查候选物的色谱峰;
- 对合格的候选物逐一进行结构鉴定。特征离子过滤筛查的具体步骤及质控参数要求详见图5。

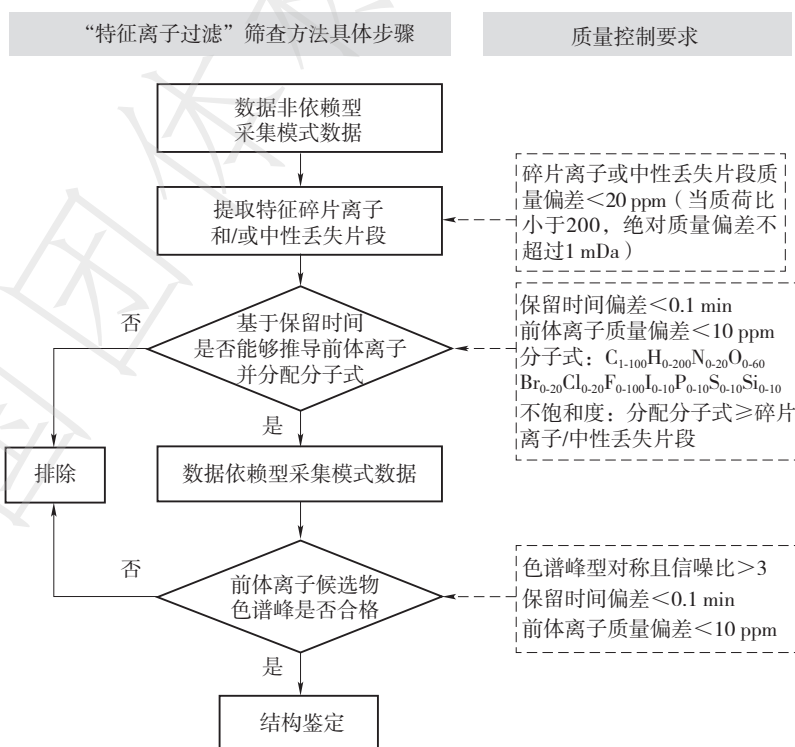


图5 特征离子过滤筛查方法的具体步骤与质量控制要求

#### 8.2.4.2 技术要求

在实施过程中,建议特征离子和前体离子的质量偏差分别不超过 20(当质荷比小于 200,绝对质量偏差不得超过 1 mDa)和 10 ppm,保留时间偏差不得超过 0.1 min,分子式组成范围在  $C_{1-100}H_{0-200}N_{0-20}O_{0-60}Br_{0-20}Cl_{0-20}F_{0-100}I_{0-10}P_{0-10}S_{0-10}Si_{0-10}$  之间,候选物峰型对称(参见附录 B)且信噪比不低于 3。

该方法适用于筛查识别环境样品中具有特定官能团结构的新污染物(如苯并三唑类紫外线稳定剂、有机磷化合物、对苯二胺类抗氧化剂等)。环境分析中特征离子过滤筛查的实际应用案例参见附录 C.4。

### 8.3 结构鉴定

#### 8.3.1 鉴定方法

结构鉴定方法包括谱图数据库匹配和预测谱图比对。

a) 谱图数据库匹配方法。将采集的新污染物质谱峰信息与谱图数据库中记录的化合物信息进行检索匹配以实现简单快捷且可靠的新污染物结构识别,常用谱图数据库包括 NIST、Wiley、MassBank EU、MassBank of North America、mzCloud 和全球天然产物分子网络系统(GNPS)。谱图数据库匹配要求如下:

- 基于气相色谱高分辨率质谱联用仪的非靶标筛查中,推荐按照如下优先顺序进行数据库匹配:NIST>Wiley;
- 基于液相色谱高分辨率质谱联用仪的非靶标筛查中,推荐按照如下优先顺序进行数据库匹配:mzCloud>MassBank of North America>MassBank EU>GNPS;
- 在新污染物结构鉴定过程中,建议多种筛查方法和谱图数据库联用,以最大化通过数据库匹配方法实现目标物的结构鉴定;
- 在谱图数据库匹配过程中,一级和二级质谱精确质量数偏差推荐设置为分别不超过 5 和 10 ppm;
- 匹配结果通常是多个具有不同相似匹配度的候选化合物,推荐使用 70% 分数匹配度阈值截取候选结构;
- 匹配结果需人工逐一检查,以降低假阳性率。

b) 预测谱图比对方法。对于谱图数据库中未收录的新污染物,使用质谱预测算法辅助鉴定结构。质谱图预测软件有开源软件 CFM-ID、CSI:FingerID、MetFrag、MS-DIAL 和 MS-FINDER 以及商业软件 Mass Frontier、Molecular Structure Correlator、MS-Fragmenter 和 MOLGEN-MS:

- 推荐按照如下优先使用顺序进行新污染物质谱碎片预测:Mass Frontier>MetFrag>CFM-ID;
- 不同软件预测原理不同,建议同时使用多种预测手段以提升鉴定结果的可靠性;
- 同谱图数据库匹配方法一样,部分预测软件针对同一质谱/新污染物数据会生成一系列候选化合物,推荐使用 70% 分数阈值;
- 匹配结果需人工逐一检查,以降低假阳性率。

c) 此外,新污染物的色谱保留行为,包括保留时间(偏差<0.1 min)和保留时间指数,可以协助鉴定结构和排除假阳性结果。

#### 8.3.2 置信度水平

基于新污染物的色谱和质谱数据信息指定结构鉴定结果的置信度水平,置信度水平可分为 5 个级别(见图 6),具体如下:

a) 置信度 1 级:指确认的分子结构,即利用真实标准品的色谱保留时间信息和质谱碎片信息确定的新污染物结构;

- b) 置信度 2 级:指可能的分子结构,即通过谱图数据库匹配[等级 2a)]得到的或者通过质谱特征碎裂行为[等级 2b)]推导出的新污染物结构;
- c) 置信度 3 级:指暂定候选的分子结构,即根据质谱碎片信息和色谱保留时间信息推测的一组互为同分异构体的新污染物结构;
- d) 置信度 4 级:指明确的分子式,即仅能使用一级质谱信息或一级质谱的加合物和同位素信息说明新污染物的元素组成,无法推断其含有官能团和分子结构;
- e) 置信度 5 级:指精确质量数,即获取信息仅可以确定感兴趣新污染物的分子量。



标引符号说明:MS—前体离子;MS<sup>2</sup>—碎片离子;RT—保留时间。

图 6 非靶标筛查新污染物中置信度水平分级方法

## 9 质量保证与质量控制

### 9.1 空白试验

在环境样品筛查全过程中加入空白对照实验,每 10 个或每批次样品(少于 10 个)至少分析 1 个全程序空白,以排除样品采集、运输、储存、制备、目标物提取和分析过程中可能引入的杂质干扰,保证筛查结果的可靠性。一般情况下,目标物不应在全程序空白中检出。对于无法避免此情况的目标物,其在环境样品中的仪器响应高于其在空白样品中的 3 倍则认定为检出。

### 9.2 校准

基于高分辨率质谱仪开展新污染物筛查应参考仪器厂商推荐的方法进行质量轴校正,以保证仪器的分辨率、质量准确性和灵敏度满足筛查需求。质量轴校正可在环境样品数据采集前或者采集过程中进行。

### 9.3 平行样

每 10 个或每批次样品(少于 10 个)至少分析 1 个前处理平行样品,平行样品的定量测定结果的相对偏差应在±20%以内,定性分析结果应保证至少 70% 样品一致。

#### 9.4 内标质控

配制同位素内标质控,以对样品前处理过程进行评估或对仪器响应进行校正。

样品中采用氘代物或<sup>13</sup>C等标记的有机物作为内标。内标的峰面积相对偏差与保留时间应根据筛查需求提出质控要求,推荐内标的保留时间偏差不得超过0.1 min,质谱峰面积的相对偏差在±20%以内。

#### 10 废物处理

实验中产生的废液和废物应集中收集,分类保管,并做好相应标识,依法委托有资质的单位进行处理。

附 录 A  
(资料性)  
推荐的仪器分析方法

推荐的液相色谱高分辨率质谱联用分析方法适用于全氟/多氟烷基化合物、紫外线吸收剂、药物和个人护理品、对苯二胺类抗氧化剂等；气相色谱高分辨率质谱联用分析方法适用于多环芳烃、液晶单体、氯化石蜡、多氯联苯等。

### A.1 液相色谱高分辨率质谱联用仪

#### A.1.1 超高效液相色谱静电场轨道阱高分辨率质谱联用仪

##### A.1.1.1 液相色谱条件

色谱柱:HyperSil GOLD aQ C18(100×2.1 mm,1.9 μm)；

柱温:35℃；

进样量:5 μL；

流速:0.3 mL/min；

流动相：

——正模式,A相去离子水含0.1% 甲酸,B相甲醇含0.1% 甲酸；

——负模式,A相去离子水,B相甲醇；

正负模式流动相梯度设置一致(表A.1)；

表 A.1 超高效液相色谱静电场轨道阱高分辨率质谱联用仪的液相色谱流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	99	1
1	99	1
3	30	70
10	1	99
12	1	99
12.1	99	1
15	99	1

##### A.1.1.2 高分辨率质谱仪条件

离子源类型:电喷雾电离；

离子化电压:正模式3 500 V,负模式-3 400 V；

S-Lens:70%；

离子源温度:350℃；

传输管温度:325℃；

鞘气:40 arb；

辅助气:10 arb；

反吹气:0 arb;

Full Scan-ddms<sup>2</sup>数据依赖型扫描模式:

一级质谱扫描范围:m/z 80~1 000 Da;

二级质谱扫描范围:Auto;

质谱分辨率:MS<sup>1</sup>=120,000(FWHM @ m/z 200),MS<sup>2</sup>=15,000(FWHM @ m/z 200);

TOP N=4~10;

二级碰撞能:NCE=20/40/60;

四极杆隔离窗口:1 Da;

离子注入时间:Auto;

自动增益控制目标:Auto;

Full Scan-DIA 数据非依赖型扫描模式:

一级质谱扫描范围:m/z 80~1 000 Da;

二级质谱扫描范围:m/z 80~1 000 Da;

质谱分辨率:MS<sup>1</sup>=120,000(FWHM @ m/z 200),MS<sup>2</sup>=15,000(FWHM @ m/z 200);

二级碰撞能:NCE=20/40/60;

四极杆隔离窗口:50~100 Da;

离子注入时间:Auto;

自动增益控制目标:Auto。

#### A.1.2 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱联用仪

##### A.1.2.1 液相色谱条件

色谱柱:ACQUITY UPLC BEH C18(100×2.1 mm,1.9 μm);

柱温:40 °C;

进样量:5 μL;

流速:0.4 mL/min;

流动相:

正模式,A相去离子水含0.1%甲酸,B相甲醇/乙腈85:15;

流动相梯度设置如下(表A.2):

表A.2 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱联用仪的液相色谱在正模式下流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
-0	95	5
1	95	5
8	60	40
12.5	30	70
17	5	95
20	5	95
20	5	95
20.1	95	5
23	95	5

负模式,A相去离子水含5 mmol/L甲酸铵,B相甲醇含5 mmol/L甲酸铵;  
流动相梯度设置如下(表A.3):

表A.3 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱联用仪的液相色谱在负模式下流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
1	95	5
12	5	95
17.5	5	95
20.1	95	5
23	95	5

#### A.1.2.2 高分辨率质谱仪条件

离子源类型:电喷雾电离;

离子化电压:正模式5 500 V,负模式-4 500 V;

离子源温度:500 °C;

气帘气压力:30 psi;

雾化气压力:45 psi;

辅助加热气压力:60 psi;

去簇电压:正模式80 V,负模式-80 V;

碰撞气:氮气(>99.99%);

TOFMS-IDA-TOF MS/MS数据依赖型扫描模式:

一级质谱扫描范围:m/z 80~1 000,累加时间:0.1 s;

二级质谱扫描范围:m/z 20~1 000,累加时间:0.05 s,候选离子数目:10个~15个。

碰撞能量:(±35)±15 V;

动态背景扣除功能:开启;

SWATH数据非依赖型扫描模式:

一级质谱扫描范围:m/z 50~1 000,累加时间:0.1 s;

二级质谱扫描范围:m/z 50~1 000,累加时间:0.05 s;

SWATH采集窗口宽度:100 Da;

碰撞能量:(±35)±15 V。

#### A.2 气相色谱高分辨率质谱联用仪

##### A.2.1 气相色谱静电场轨道阱高分辨率质谱联用仪

###### A.2.1.1 气相色谱条件

进样体积:1 μL;

进样口温度:300 °C;

进样模式:不分流进样,不分流时间1 min,分流流量50 mL/min;

载气:氮气(>99.999%);

流速:1 mL/min;  
 色谱柱:TraceGOLD TG-5 SilMS 30 m×0.25 mm×0.25 μm;  
 色谱柱升温程序:35 °C保持2 min,以15 °C/min升温至150 °C,保持5 min,再以3 °C/min升温至300 °C,保持10 min。

#### A.2.1.2 高分辨率质谱仪条件

离子源类型:电子轰击源(EI);  
 质谱分辨率:60,000(FWHM @ m/z 200);  
 离子源温度:300 °C;  
 离子化能量:70 eV;  
 传输线温度:300 °C;  
 数据采集方式:Full Scan全扫描;  
 质量扫描范围:50~1 000 m/z;  
 溶剂延迟时间:5 min。

#### A.2.2 气相色谱-四极杆飞行时间质谱联用仪

##### A.2.2.1 气相色谱条件

进样体积:1 μL;  
 进样口温度:280 °C;  
 进样口分流设置:不分流进样;  
 衬管:4 mm超惰带玻璃毛衬管;  
 载气:氦气(>99.999%);  
 进样口流速:柱1,1 mL/min;  
 PUU流速:柱2,1.2 mL/min;  
 分流出口吹扫流速:60 mL/min at 0.75 min;  
 载气节省:开启(20 mL/min at 2.0 min);  
 色谱柱:HP-5 ms Ultra Inert 15 m×250 μm×0.25 μm×2;  
 色谱柱升温程序:60 °C,保持1 min;40 °C/min,120 °C,保持0 min;5 °C/min,310 °C,保持0 min;  
 传输线温度设置:300 °C;  
 反吹模块设置参数:  
 反吹气:氦气(>99.999%);  
 反吹模块压力设置,样品运行时2.0 psi,样品反吹时45 psi。

##### A.2.2.2 高分辨率质谱仪条件

离子源类型:电子轰击源(EI);  
 离子化能量:70 eV;  
 离子源温度:250 °C;  
 采集模式:TOF模式;  
 扫描范围:50~1 000 m/z;  
 碰撞气:氦气,1 mL/min;  
 淬灭气:氦气,4 mL/min;  
 四极杆温度:150 °C。

附录 B  
(资料性)  
典型色谱峰图

典型新污染物色谱峰型示意图如图 B.1 所示。

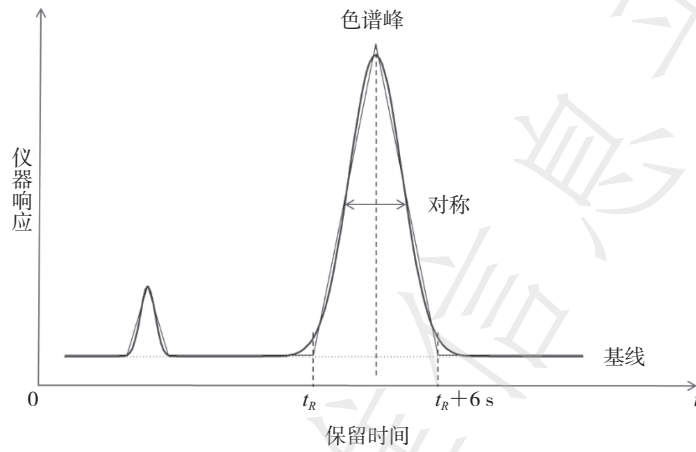


图 B.1 典型新污染物色谱峰型示意图

附录 C  
(资料性)  
筛查方法的环境应用案例

### C.1 疑似靶标筛查

Ruan 等人利用美国 ToxCast 数据库构建包含 890 个新污染物的名称、分子式和理论单同位素质量 (精确分子量) 在内的疑似靶标筛查清单, 结合公开的 mzCloud 和 MassBank 谱图数据库, 在中国沿海河口地表水中筛查出 59 种新污染物。

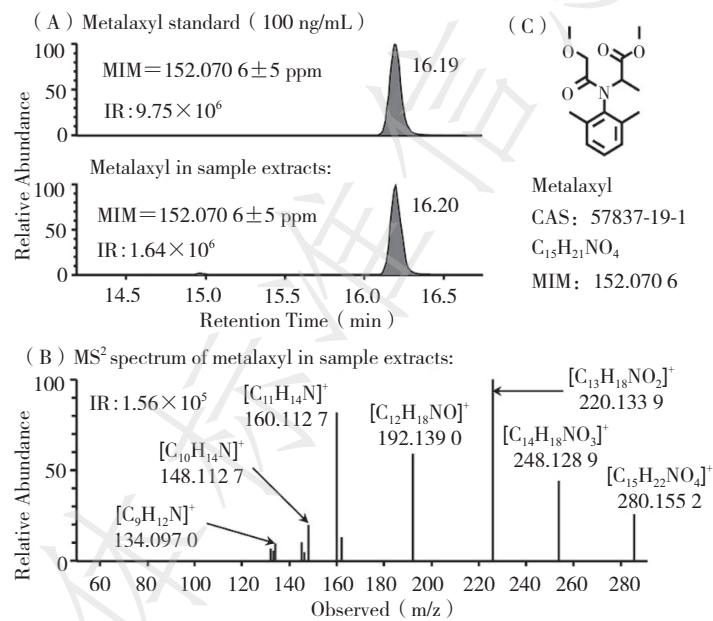


图 C.1 利用疑似靶标策略识别环境中新污染物

## C.2 同位素匹配

Peng 等人利用溴(Br)元素的两种天然同位素  $^{79}\text{Br}$ (51%)和  $^{81}\text{Br}$ (49%)的丰度比接近 1:1,从美国密歇根湖采集的沉积物样品中筛选出 1 593 个化合物,绝大多数物质为首次报道。

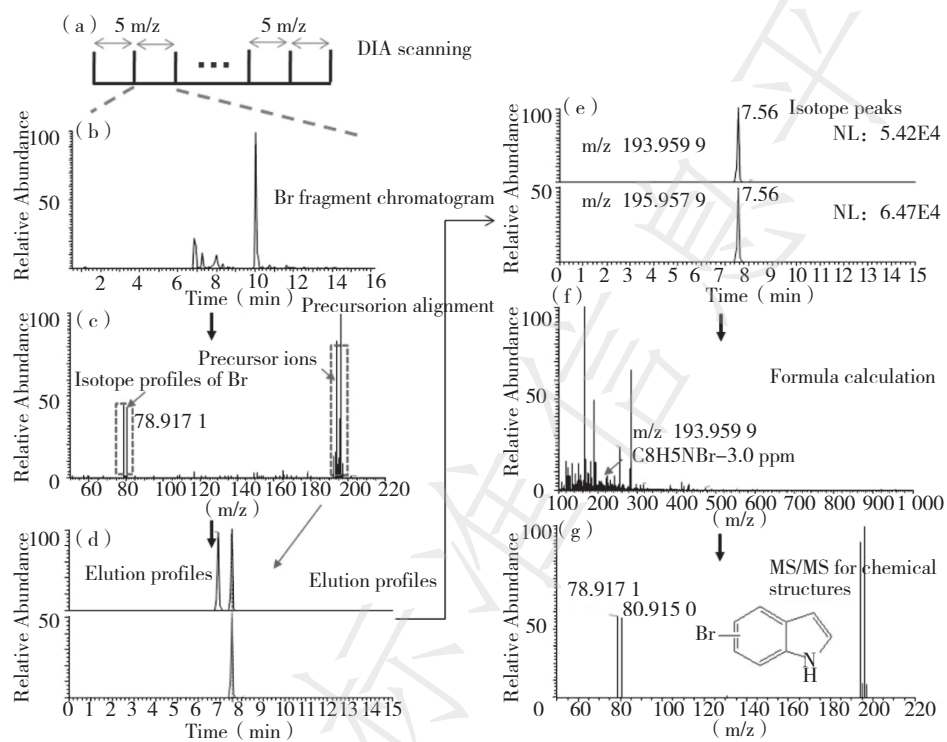


图 C.2 利用同位素匹配策略识别环境中新污染物

### C.3 质量亏损过滤

利用全氟/多氟烷基化合物以  $\text{CF}_2$  为标尺缩放的质量亏损值从质谱数据中筛选其同系物, 然后结合二级碎片离子和预测的二级谱图, 从受消防泡沫污染的地下水发现了 40 类该类型新污染物。

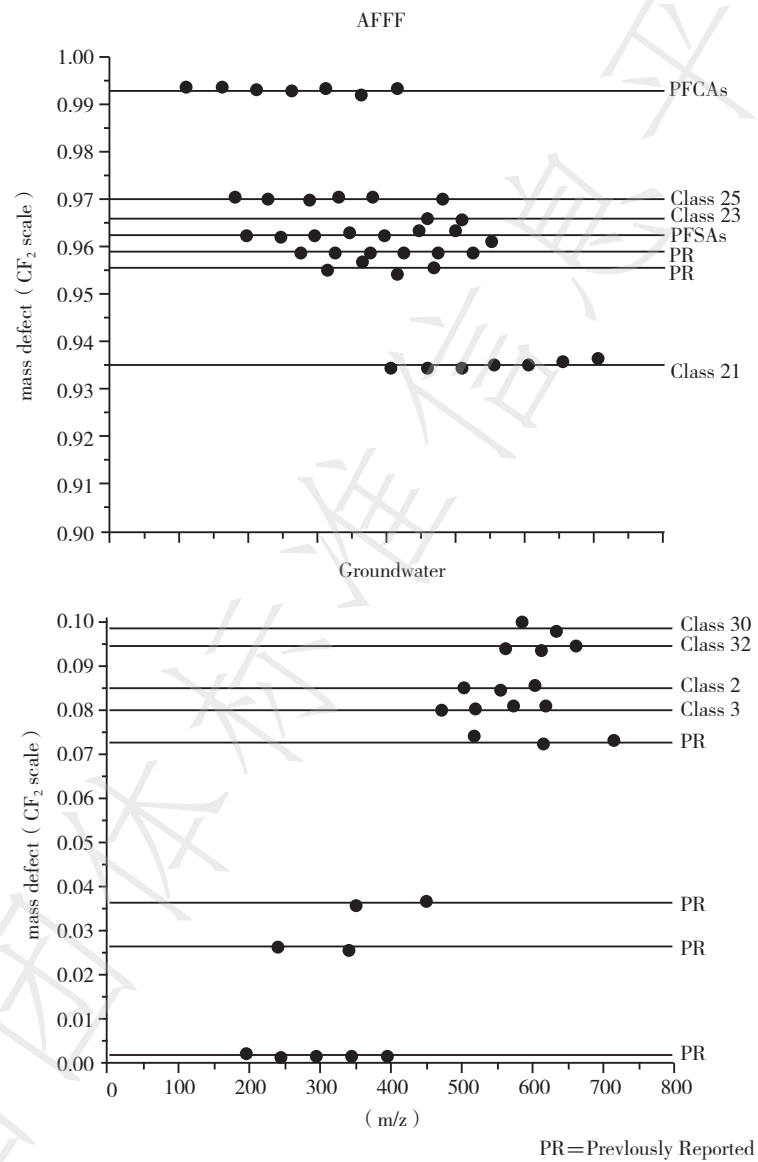


图 C.3 利用质量亏损过滤策略识别环境中新污染物

## C.4 特征离子过滤

Li等人利用苯并三唑类紫外线稳定剂在质谱离子源中发生裂解产生的共性碎片离子(即特征碎片离子)筛选目标前体离子,结合已知的质谱碎裂路径和预测的二级谱图信息,成功地在中国环渤海软体动物中发现6种未曾报道的新污染物。

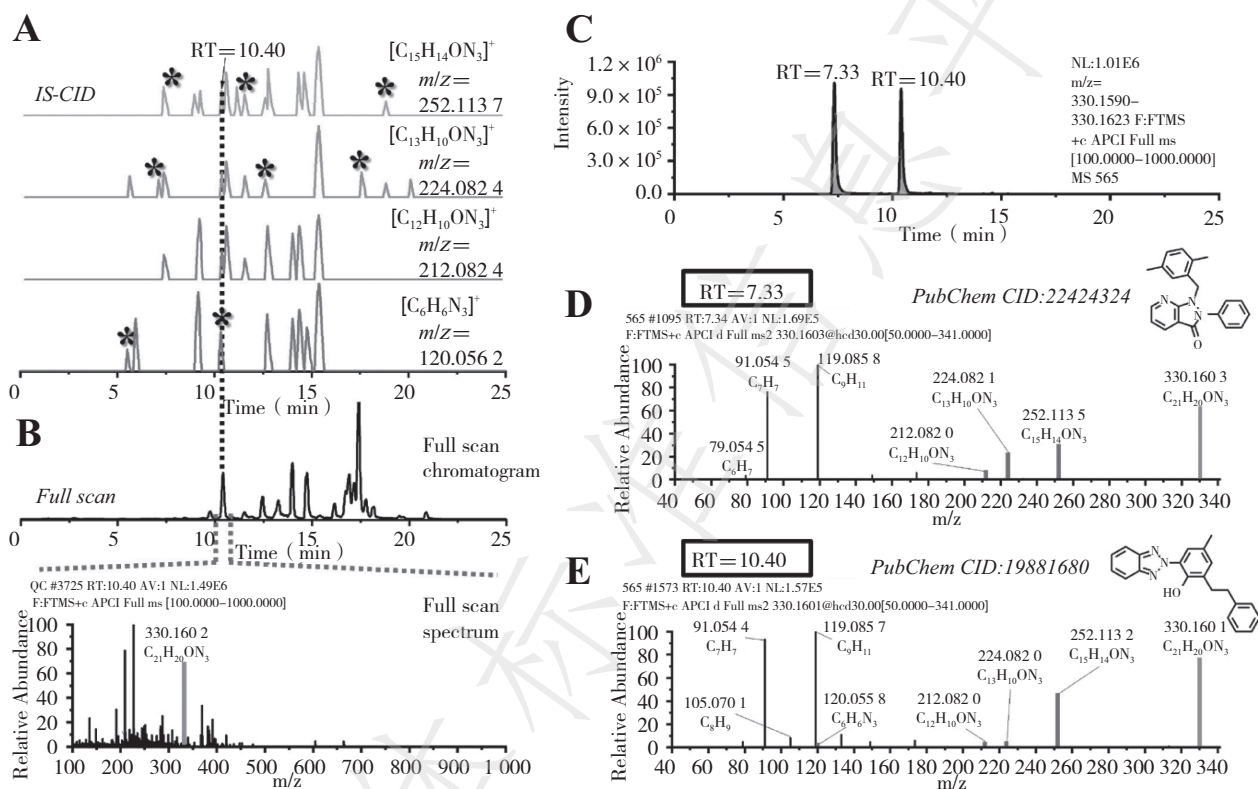


图 C.4 利用特征离子过滤策略识别环境中新污染物

## 参 考 文 献

- [1] HJ 493—2009 水质 样品的保存和管理技术规定
- [2] HJ 1333—2023 水质 全氟辛基磺酸和全氟辛酸及其盐类的测定 同位素稀释/液相色谱-三重四极杆质谱法
- [3] Feng Xiaoxia, Li Dong, Liang Wenqing, Ruan Ting, Jiang Guibin. Recognition and Prioritization of Chemical Mixtures and Transformation Products in Chinese Estuarine Waters by Suspect Screening Analysis [J]. *Environmental Science & Technology*, 2021, 55, 14, 9508-9517.
- [4] Peng Hui, Chen Chunli, David M. V. Saunders, Sun Jianxian, Tang Song, Garry Codling, Markus Hecker, Steve Wiseman, Paul D. Jones, Li An, Karl J. Rockne, John P. Giesy. Untargeted Identification of Organo-Bromine Compounds in Lake Sediments by Ultrahigh-Resolution Mass Spectrometry with the Data-Independent Precursor Isolation and Characteristic Fragment Method. *Analytical Chemistry*, 2015, 87, 20, 10237-10246.
- [5] Krista A. Barzen-Hanson, Simon C. Roberts, Sarah Choyke, Karl Oetjen, Alan McAlees, Nicole Riddell, Robert McCrindle, P. Lee Ferguson, Christopher P. Higgins, and Jennifer A. Field. Discovery of 40 Classes of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Historical Aqueous Film-Forming Foams (AFFFs) and AFFF-Impacted Groundwater. *Environmental Science & Technology*, 2017, 51, 4, 2047-2057.
- [6] Li Pengyang, Su Wenyuan, Liang Wenqing, Zhu Bao, Li Tingyu, Ruan Ting, Jiang Guibin. Occurrence and Temporal Trends of Benzotriazole UV Stabilizers in Mollusks (2010-2018) from the Chinese Bohai Sea Revealed by Target, Suspect, and Nontarget Screening Analysis. *Environmental Science & Technology*, 2022, 56, 23, 16759-16767.
-

中国环境科学学会  
团体标准  
环境多介质新污染物气相色谱/液相色谱  
串联高分辨质谱非靶标筛查技术规范  
T/CSES 206—2025

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社印刷

各地新华书店经销

\*

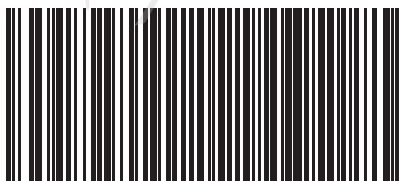
开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 40 千字  
2026年1月第1版 2026年1月第1次印刷

\*

书号:155066·5-19412 定价 49.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



T/CSES 206-2025