

T/GXSES

团 体 标 准

T/GXSES XXXX—2026

饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测前 处理技术规范

Technical specifications for pretreatment of antibiotics as new
contaminants in drinking water for non-targeted detection

(征求意见稿)

2026 - XX - XX 发布

2026 - XX - XX 实施

广西环境科学学会 发布

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。

本文件由广西壮族自治区产品质量检验研究院提出。

本文件由广西环境科学学会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西南环检测科技有限公司、广西绿城检测服务有限公司、生态环境部华南环境科学研究所、广西生态环境监测中心、华南师范大学、广西大学、广西南宁信雄科技服务有限公司。

本文件主要起草人：

饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测前处理技术规范

1 范围

本文件界定了饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测的术语和定义，规定了样品采集与保存、样品预处理、富集与净化、浓缩与复溶、空白和平行控制、记录与报告等技术要求。

本文件适用于各类型生活饮用水及水源水中磺胺类、喹诺酮类、大环内酯类、四环素类等抗生素类新污染物的非靶标筛查前处理过程，其他类型抗生素类新污染物的前处理可参照本文件执行。

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 第2部分：水样的采集与保存

GB/T 5750.3 生活饮用水标准检验方法 第3部分：水质分析质量控制

HJ 168 环境监测分析方法标准制订技术导则

T/CSES 206 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

非靶标检测 non-target detection

在检测前不预先设定特定目标化合物，通过高分辨质谱等分析技术对样品中未知抗生素类新污染物进行全面筛查、识别的检测方式。

3.2

样品前处理 sample preparation

指样品采集后至进样分析前的一系列处理过程，包括样品预处理、富集、净化、浓缩、复溶等操作，目的是去除基质干扰、富集目标污染物，满足仪器检测要求。

4 样品采集与保存

4.1 采样要求

4.1.1 采样器具应优先选用棕色玻璃瓶或高密度聚乙烯瓶，要根据检测的目标选择合适的材质，避免使用可能造成污染或对样品有吸附的材质。使用前需用硝酸溶液（1+9）浸泡不少于 24 h，再用实验用水冲洗至中性，烘干后密封备用。

4.1.2 采样过程应按照 GB/T 5750.2 的相关规定执行，采样时应使样品充满采样瓶，不留液上空间，避免目标化合物挥发损失。

4.1.3 采样前应现场测定水样的 pH 值、余氯含量等参数并记录，若水样中含有余氯，应在采样时加入适量抗坏血酸消除干扰，加入量参照 GB/T 5750.2 参考量，加入量不超过 100m g/L。

4.2 保存要求

4.2.1 采集后的样品应立即用甲酸或氨水调节 pH 值至 2~4，以抑制目标化合物的降解。

4.2.2 样品应在 0℃~4℃ 以下冷藏保存，抗生素样品保存时间不应超过 7 d。

4.2.3 若样品需长期保存，应在 -20℃ 以下冷冻保存，保存时间不应超过 30 d，解冻后应立即进行前处理，避免反复冻融。

5 样品预处理

5.1 过滤处理

5.1.1 样品采集后应尽快进行过滤处理，去除悬浮颗粒物和微生物。

5.1.2 采用 0.45 μm 玻璃纤维滤膜或亲水性聚四氟乙烯滤膜过滤，过滤前用实验用水冲洗滤膜 3 次，弃去至少 1 mL 初滤液后收集滤液。每个样品更换新滤膜。

5.1.3 对于浑浊度较高的水源水样品，可先采用 0.7 μm 滤膜进行预过滤，再用 0.45 μm 滤膜进行精过滤。

5.1.4 过滤后的滤液应立即进行后续富集处理，若不能及时处理，应按 4.2 的要求保存。

5.2 干扰处理

5.2.1 若水样中含有大量金属离子，可加入适量乙二胺四乙酸二钠溶液，抑制金属离子与抗生素形成络合物。

5.2.2 对于含有腐殖酸等大分子有机物的样品，可加入适量甲醇或乙腈进行破络，加入体积分数不超过 5%，避免影响后续富集效果。

6 富集与净化

6.1 富集方法选择

6.1.1 优先采用固相萃取（SPE）法进行富集，根据目标抗生素的极性的选择合适的固相萃取柱，推荐选用二乙烯苯-N-乙基吡咯烷酮共聚物（HLB）、C18 或混合模式离子交换固相萃取柱。

6.1.2 对于低浓度样品，可采用大体积固相萃取，取样量为 500 mL~1000 mL；对于基质简单的饮用水样品，可适当减少取样量至 100 mL~500 mL。

6.1.3 特殊类型抗生素（如 β -内酰胺类）可采用固相微萃取（SPME）或分散液液微萃取（DLLME）法进行富集，具体方法参照相关技术规范执行。

6.2 固相萃取操作规范

6.2.1 柱活化：依次用 5 mL~10 mL 甲醇、5 mL~10 mL 实验用水对固相萃取柱进行活化，活化过程中应确保填料始终浸润，避免干柱。

6.2.2 样品上样：将预处理后的样品以 8 mL/min~15 mL/min 的流速通过固相萃取柱，上样过程中应控制流速均匀，避免流速过快导致目标化合物穿透。

6.2.3 淋洗净化：上样完成后，用 5 mL~10 mL 水或 5%~10% 甲醇水溶液淋洗固相萃取柱，去除部分基质杂质，淋洗后用氮吹干燥萃取柱，吹干时间为 10 min~20 min，避免将填料完全吹干导致目标化合物损失。

6.2.4 洗脱收集：选用合适的洗脱液进行洗脱，洗脱液可采用甲醇、乙腈或其它适合的混合溶液，必要时加入 0.1%~0.5% 甲酸或氨水调节洗脱效率，洗脱体积为 8 mL~10 mL，分 2~3 次洗脱，合并洗脱液。

7 浓缩与复溶

7.1 浓缩操作

7.1.1 采用氮吹浓缩法对洗脱液进行浓缩，氮吹仪温度控制在 $\leq 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，氮气纯度 $\geq 99.99\%$ ，吹扫速率以液面轻微波动为宜，避免气量过大导致目标化合物损失。

7.1.2 浓缩至近干时，应降低吹扫速率，避免完全吹干导致目标化合物吸附损失。

7.1.3 对于热不稳定的抗生素类化合物，应采用减压旋转蒸发浓缩，浓缩温度不超过 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，真空度为 0.06 MPa~0.08 MPa。

7.2 复溶操作

7.2.1 浓缩后的残留物用复溶溶剂溶解，复溶溶剂应与后续仪器分析的流动相兼容，推荐采用甲醇-

水混合溶液或乙腈-水混合溶液。

7.2.2 建议复溶体积根据仪器检测灵敏度确定，一般为0.5 mL~1 mL，涡旋振荡不少于1 min，确保残留物完全溶解。

7.2.3 复溶后样品经0.22 μm 聚四氟乙烯滤膜过滤后转移至进样瓶中，待非靶标检测分析。

7.2.4 若复溶后样品仍有轻微浑浊，可离心分离后取上清液进样。

8 空白和平行控制

8.1 空白控制

8.1.1 每10个或每批次样品（少于10个）应至少设置1个实验室空白和1个全程序空白，空白样品的处理流程与实际样品完全一致。

8.1.2 空白样品中若检出目标抗生素类化合物，其测定结果应低于方法检出限，否则应查找污染源并重新进行前处理。

8.1.3 实验所用试剂、耗材应经过纯度验证，确保无目标化合物污染；实验器具应专用，避免交叉污染。

8.2 平行控制

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，平行样品的定量测定结果的相对偏差应在±40%以内，定性分析结果的一致率不低于70%。

8.3 质量保证要求

8.3.1 每批样品应加入替代物标准物质，替代物回收率应控制在40%~150%之间，用于评估前处理过程的有效性。

8.3.2 前处理过程中使用的计量器具应经检定或校准合格，玻璃器皿应按规定进行洗涤和干燥处理。

8.3.3 定期对前处理方法进行验证，包括方法检出限、精密性、准确度、保留时间稳定性、加标回收率重现性等质控指标，验证方法参照HJ 168和GB/T 5750.3的相关规定执行。

8.4 异常情况处理

8.4.1 若平行样相对标准偏差超出允许范围，应重新对该样品进行前处理，并检查前处理过程中的操作一致性。

8.4.2 若替代物回收率超出控制范围，应排查固相萃取柱性能、洗脱液选择、浓缩条件等因素，调整后重新进行前处理。

8.4.3 若空白样品中污染严重，应更换试剂、耗材或对实验器具进行重新处理，直至空白满足要求。

9 记录与报告

9.1 前处理过程应详细记录以下信息：样品编号、采样时间、采样地点、样品基本参数（pH值、余氯含量等）、前处理日期、操作人员、仪器设备信息、试剂耗材信息、关键操作参数（过滤条件、固相萃取柱类型、洗脱液种类及体积、浓缩温度、复溶体积等）、空白实验结果、平行样结果、替代物回收率等。

9.2 记录应真实、准确、完整，字迹清晰，不得随意涂改，如需修改应注明修改日期及修改人。

9.3 前处理报告应包括样品信息、前处理方法、质量控制结果、异常情况说明等内容，作为非靶标检测报告的重要组成部分。