

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全 流程质控技术要求

Quality control requirements for the full process of non-targeted
detection of antibiotic new pollutants in drinking water

(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、广西润测检测技术有限公司、广西科学院检验检测有限公司。

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全流程质控技术要求

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全流程的术语和定义,规定了饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测全流程的分析系统建立与性能确认、采样与样品保存质量控制、分析过程质量控制、数据处理与结构鉴定的质量要求、内部质量体系运行要求、监测结果和记录等技术要求。

本文件适用于饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测活动的质量控制。

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

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

HJ 630 环境监测质量管理技术导则

HJ 1398 水质 18种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定 高效液相色谱—三级四重杆质谱

HJ 1399 水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱—三重四极杆质谱法

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

全流程质控 quality control of whole process

从样品采集、运输、保存、前处理、仪器分析、数据处理到报告出具等各环节实施系统化、标准化的质量控制措施。

4 分析系统建立与性能确认

4.1 一般要求

实验室在首次开展饮用水中抗生素非靶标筛查前,应完成分析系统的建立与性能确认。该过程应符合GB/T 32465中对非标准方法确认的要求。

4.2 分析系统适应性

实验室应研究并固定分析系统所要求的条件,包括色谱柱类型、流动相体系、质谱采集参数、数据处理软件及参数等。

4.3 性能指标确认

实验室应确认分析系统满足以下基本性能要求:

- 分辨率:在扫描范围内,建议质谱分辨率应不低于 60000 (FWHM),以确保能够区分复杂基质中的干扰峰。
- 质量准确度:外标或内标校准后,全扫描模式下的质量偏差应稳定在 5 ppm 以内。每次分析前应进行质量轴校正。
- 检出限评估:采用代表性抗生素标准品,评估仪器检出限,确保满足痕量分析需求。

4.4 背景污染评估

在系统建立阶段，应运行全程序空白样品和溶剂空白，建立实验室背景污染特征谱图库，用于数据处理阶段扣除背景干扰。

5 非靶向检测技术路线

5.1 基于 LC-HRMS 的非靶向筛查技术路线

非靶向筛查技术路线见图1。

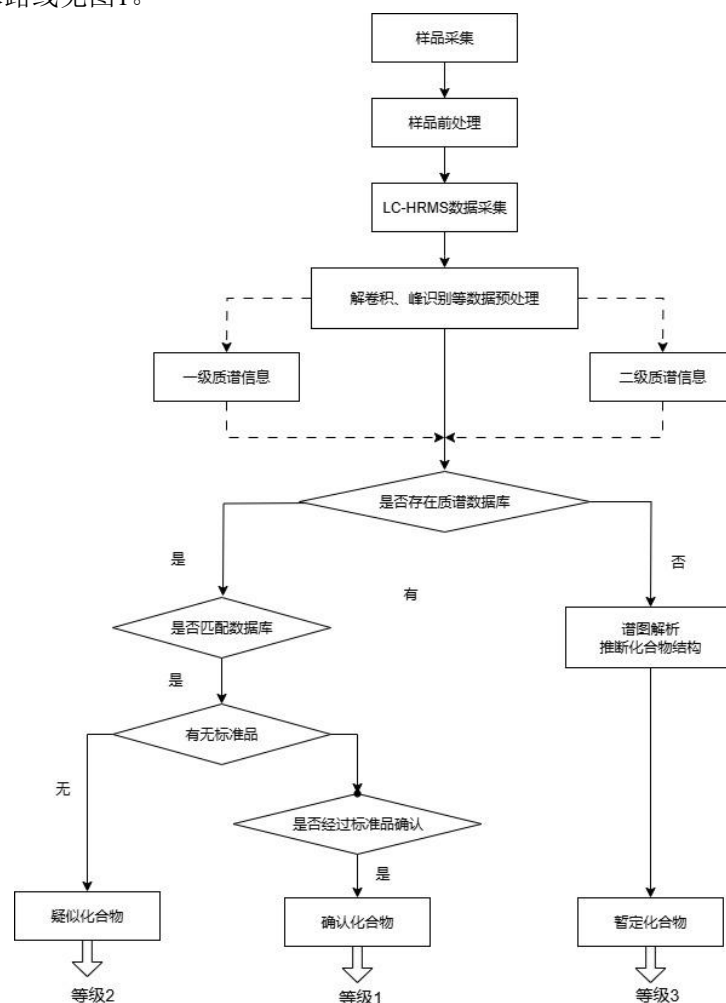


图 1 基于 LC-HRMS 的非靶向筛查技术路线

5.2 定性准确度分级

根据化合物色谱质谱定性信息确定准确度分级，准确度分级分为3个等级：

- 等级 1（确认化合物）：在标准品确认下，对比保留时间及一、二级质谱信息，排除保留时间相同的同分异构体后确证结构。
- 等级 2（疑似化合物）：通过二级质谱数据库匹配或疑似物列表比对，获得可能的结构或同分异构体（未经标准品确认）。
- 等级 3（暂定化合物）：利用一级/二级质谱、同位素信息，结合同系物、中性丢失或分子网络辅助，识别化合物类别或官能团，初步推断结构（无需数据库匹配与标准品）。

6 采样与样品保存质量控制

6.1 一般要求

采样过程的质量控制应遵循HJ 630及GB/T 5750.2的要求，保证样品的代表性和完整性。

6.2 采样容器与器材

6.2.1 应使用棕色玻璃采样瓶，避免使用塑料容器以防止邻苯二甲酸酯等干扰物溶出。

6.2.2 采样瓶盖应使用聚四氟乙烯（PTFE）内衬，确保密封且不与样品发生反应。

6.2.3 采样器具若重复使用，应制定并执行严格的清洗程序，防止交叉污染。

6.3 样品稳定性控制

6.3.1 氧化剂消除

针对饮用水中可能存在的余氯，采样前应在瓶内预先加入足量的抗坏血酸或硫代硫酸钠，以消除氧化剂对抗生素的降解，方法按照DB37/T 3738执行。

6.3.2 络合抑制

为抑制金属离子与抗生素的络合，采样前可在瓶内加入适量 Na_2EDTA ，按照DB37/T 3738的规定执行。

6.3.3 保存条件

样品采集后应置于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏条件下运输。应监控运输过程中的温度，确保保存条件符合GB/T 5750.2的要求。

6.4 现场质控样品

6.4.1 全程序空白

每个采样批次至少携带一个全程序空白样，用于监控采样及运输过程中的污染。

6.4.2 现场平行样

每批次采样中，现场平行样数量应不少于该批次水样总数的10%，且每批次至少设置1组现场平行样，用于验证采样过程的平行性与结果重复性。

7 分析过程质量控制

7.1 一般要求

分析过程的质量控制旨在确保样品处理和分析系统的稳定性，应符合HJ 630及GB/T 5750.3的规定。

7.2 前处理过程控制

7.2.1 空白监控

每批次样品（不超过10个）至少分析一个实验室空白和一个全程序空白。非靶标筛查中，对于全程序空白或实验室空白中出现的背景干扰离子，样品中对应离子的响应强度应高于空白背景响应值3倍以上方可认定为有效检出。

7.2.2 回收率监控

每批次样品应进行基质加标试验。选择性质不同的代表性抗生素，加标回收率应在40%~150%范围内，参考GB/T 32465按不同浓度水平分段设置回收率要求。

7.2.3 平行样控制

每批次至少设置一个前处理平行样。定性筛查结果应保证至少70%的化合物在平行样中均能检出。

7.3 仪器分析过程控制

7.3.1 系统稳定性核查

每10个样品进样间隔中插入一个质控标准品，监控系统的稳定性。

7.3.2 仪器灵敏度漂移控制

若发现质控样品响应明显下降，应立即重新进行质量轴校准或对离子源进行清洁维护。

7.3.3 交叉污染控制

在高浓度样品之后，应运行溶剂空白，检查是否存在明显的残留峰。

8 数据处理与结构鉴定的质量要求

8.1 数据预处理

数据预处理是非靶标筛查的核心环节，其质量控制直接决定筛查结果的可靠性。数据预处理包括过滤、解卷积、峰对齐等步骤，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。

8.1.1 背景扣除

应扣除全程序空白和溶剂空白中出现的背景离子，排除假阳性干扰。

8.1.2 峰提取阈值

建议信噪比（S/N）不低于3，峰强度阈值不低于 1×10^4 ，确保提取特征的可靠性。

8.2 结构鉴定置信度要求

8.2.1 疑似靶标筛查

将特征峰与自建抗生素数据库匹配时，一级精确质量数偏差应小于5 ppm，同位素分布匹配度应大于90%。

8.2.2 谱库匹配

利用二级谱图库鉴定时，匹配因子应大于70%。鉴定结果应注明置信度水平。

8.2.3 转化产物鉴定

对于抗生素转化产物的鉴定，应基于精确质量数、合理的母体—产物结构关系（如中性丢失）以及符合裂解规律的二级碎片证据。推断结果应定为3级或以上。

8.3 数据审核要求

建立数据审核机制。所有筛查结果，特别是初步鉴定出的高风险或高丰度抗生素，应由经验丰富的技术人员依据化合物色谱保留行为、质谱碎裂规律进行人工核查确认，以降低假阳性率。

9 内部质量体系运行要求

9.1 一般要求

实验室应依据HJ 630建立并运行质量管理体系，确保全流程质量控制措施的有效实施。

9.2 人员能力要求

从事非靶标筛查的人员应具备相应的理论基础和操作技能，熟悉高分辨质谱原理和数据处理软件操作，并经过上岗考核。

9.3 仪器设备管理

应建立仪器设备档案，制定并执行期间核查计划。高分辨质谱仪的灵敏度、分辨率和质量准确度应作为期间核查的重点，相关要求按照GB/T 32465执行。

9.4 记录控制

应完整记录质量控制全过程的原始数据，包括采样记录、前处理记录、仪器维护校准记录、质控样品测定结果、数据处理日志等，确保结果的可追溯性，相关要求按GB/T 5750.3执行。

9.5 能力验证/比对

在可行时，应积极组织或参加基于高分辨质谱非靶标筛查的实验室间比对或能力验证计划，按照GB/T 5750.3的要求评价实验室的技术能力和质量控制水平。

10 监测结果和记录

10.1 应保证监测数据的完整性，确保科学、客观地反映分析测试结果，不得选择性地舍弃数据或人为干预分析测试结果；非靶标检测中定性结果需满足峰识别、谱库匹配、碎片离子验证等要求，相关技术要求按照HJ 1398、HJ 1399和GB/T 32465执行。

10.2 监测人员应对原始数据和报告数据进行校核，对发现的可疑数据或报告，应对照原始记录进行复核；原始数据包括采样记录、仪器参数、质量控制数据、谱图数据等，应完整、清晰、可追溯。

10.3 原始记录上，应有监测人员和审核人员的手写签名或等效标识；监测人员填写原始记录，审核人员应检查结果和记录是否完整、抄写或录入计算机时是否有误、数据是否异常等，并对记录和数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核。

10.4 监测原始记录和监测报告应实行三级审核制度（编制、审核、批准），审核记录完整留存。

10.5 监测报告

监测报告应包含以下内容：

- a) 样品信息：编号、名称、采样日期、地点、保存条件、现场参数等；
- b) 检测方法：前处理方法概述、仪器型号及核心参数、质量控制措施；
- c) 质控结果：空白试验、平行样RSD、加标回收率、替代物回收率等；
- d) 定性定量结果：化合物名称、保留时间、精确质量数、浓度、定性依据；
- e) 不确定度；
- f) 检测日期、检测人员、审核人员、批准人员签名及检测机构公章。

附录 A

(资料性)

饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测质量控制记录表

饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测质量控制记录表见表A.1。

表 A.1 饮用水中抗生素类新污染物非靶标检测质量控制记录表

监测环节	控制项目	控制要求	检查方法	检查结果
样品采集	器具抽检	采样器具/容器抽检 $\geq 3\%$ ，空白试验合格	外观检查+空白试验记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	平行样采集	现场平行样 \geq 水样总数10%	核查采样记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	全程序空白	每批次 ≥ 1 个，按要求处理和测定	核查采样记录+实验记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	采样视频	包含采样点、定位坐标、人员、设备、样品保存等关键内容	查看存档视频	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
样品保存与运输	保存条件	0℃~4℃冷藏，48 h内前处理、7 d内分析	核查运输记录+温度记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	密码化管理	全程序空白及平行样密码化、不可识别	核查样品标签+交接记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
实验室分析	空白试验	每批次 ≥ 2 个实验室空白，结果 $< MDL$	核查实验记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	校准曲线	≥ 5 个浓度梯度， $r \geq 0.9990$ ，中间浓度点相对误差 $\leq \pm 20\%$	核查校准记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	平行样分析	室内平行样 $\geq 10\%$ ，RSD符合表1要求	计算RSD值+核查记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	准确度验证	加标回收率60%~130%	核查验证记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	干扰控制	样品峰面积 ≥ 3 倍流程空白峰面积	谱图分析+核查记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
外部监督	监控样测试	有证标准物质/加标样结果合格	比对标准值+核查记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	留样复测	复测结果与原结果相对偏差 $\leq 30\%$	计算偏差值+核查记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
记录管理	原始记录	内容完整、签字齐全、可追溯	核查纸质/电子记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
	三级审核	按规定完成编制、审核、批准流程	核查审核记录	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及
总体评价	/	/	/	<input type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合 <input type="checkbox"/> 不涉及