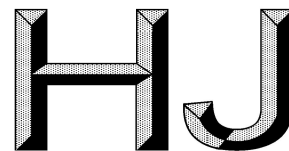


附件 6



# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

---

## 土壤和沉积物 有机物的提取 微波萃取法

Soil and sediment — Extraction of organic compounds

— Microwave extraction

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

---

生态环境部 发布

# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 提取步骤.....	3
8 废物处理.....	3
9 注意事项.....	4
附录 A（资料性附录） 可用微波萃取法提取的有机物参考名单.....	5

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中有机物的提取方法，制定本标准。

本标准规定了提取土壤和沉积物中有机物的微波萃取法。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 土壤和沉积物 有机物的提取 微波萃取法

警告：己烷、丙酮等有机萃取溶剂具有一定的毒性，操作应在通风柜内进行，并注意佩带防护器具，避免直接接触。

## 1 适用范围

本标准规定了提取土壤和沉积物中有机物的微波萃取法。

本标准适用于土壤和沉积物中半挥发性有机物或不挥发性有机物的提取，包括多环芳烃、取代酚类、酞酸酯类、有机氯农药、有机磷农药以及多氯联苯等有机物。具体名称详见附录 A，其他有机物若通过验证也可用本方法提取。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分 样品采集 贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分 沉积物分析

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 494 水质采样技术指导

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

## 3 方法原理

微波射线可自由透过对微波透明的萃取介质，深入样品基体内部。按照不同物质对微波能的吸收能力不同，可对基体中不同组分进行选择性的加热，从而使目标物从基体分离出来，进入萃取溶剂中。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 正己烷( $C_6H_{14}$ ): 农残级。

4.2 丙酮( $CH_3COCH_3$ ): 农残级。

4.3 正己烷-丙酮混合溶剂: 1+1。

用正己烷(4.1)和丙酮(4.2)按 1:1 的体积比混合。

4.4 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ): 优级纯。

无水硫酸钠应在 400℃ 加热至少 4 h，去除结晶水和有机物，然后在密闭容器中进行冷

却干燥。

4.5 干燥剂：粒状硅藻土或其他等效干燥剂，150 μm~830 μm（100目~20目）。

4.6 石英砂：270 μm~830 μm（50目~20目）。

使用前应用去离子水至少洗涤2次，然后在400℃加热至少4h，去除有机物。

## 5 仪器和设备

5.1 微波萃取装置：具有密闭、防爆功能；萃取罐体积不小于100 ml；具有温度可控装置，主罐控温误差不大于±1℃；设备最大输出功率不小于1200 W。

5.2 分析天平：精度为0.1 g。

5.3 样品筛：孔径1 mm。

5.4 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存；按照 GB 17378.3、HJ/T 91 和 HJ 494 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。将采集好的土壤和沉积物样品分装于清洁、无干扰的具塞棕色玻璃瓶中，加盖、密封。应避免干扰引入或样品被破坏，运输过程中应避光、冷藏保存，尽快运至实验室进行分析。如不能及时分析，应在4℃以下冷藏、避光和密封保存。测定半挥发性有机物的样品保存期为10 d，不挥发性有机物为14 d。

### 6.2 试样的制备

#### 6.2.1 干燥脱水

将样品放在瓷托盘或不锈钢盘上，混匀，除去枝棒、叶片、石子、玻璃、废金属等异物，按照 HJ/T 166 进行四分法缩分。如果具体目标物监测分析方法中有规定，则应按照具体目标物监测分析方法进行试样制备；其余样品的干燥可依据目标物的性质选择以下不同方法。

方法一：在室温条件下避光、风干。

方法二：使用冻干法进行干燥脱水。

方法三：使用干燥剂脱水方法。称取适量的新鲜样品，加入一定量的硅藻土（4.5），充分混匀、脱水。在研钵中反复研磨成细小颗粒（约1 mm），充分拌匀，直至呈散粒状，取样进行萃取。

注：如果土壤或沉积物中存在明显的水相，应先进行离心分离水相，再选择上述适合的方法进行干燥处理。

#### 6.2.2 均化筛分

将风干（方法一）或冻干脱水后（方法二）的样品进行研磨、过筛，均化处理成约1 mm的细小颗粒，取样进行萃取。

### 6.3 含水率的测定

称取样品时，同步进行样品含水率的测定。土壤样品水分的测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率的测定按照 GB 17378.5 执行。

## 7 提取步骤

### 7.1 试样提取

称取 10 g 待测样品，加入正己烷-丙酮混合溶剂（4.3）30 ml；溶剂用量不超过萃取罐体积的三分之一。把装有样品的萃取罐放到密封罐中，然后将密封罐放到微波仪器中，按表 1 设定微波萃取时间和萃取温度，开启微波仪器进行萃取。如果具体目标物监测分析方法标准中含有微波萃取法的提取，则应按照其监测分析方法标准进行微波萃取的样品操作。

表 1 微波萃取条件

有机物种类	微波萃取时间	微波萃取温度
多环芳烃	15 min	100℃
取代酚类	20 min	90℃
酞酸酯类	20 min	100℃
有机氯农药	20 min	110℃
有机磷农药	15 min	90℃
多氯联苯	20 min	110℃

上述条件中温度为本方法优化参考条件，也可根据目标化合物或不同仪器选择其他参考条件。

### 7.2 过滤脱水

萃取完成后，待萃取液降至室温，在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜，铺加约 5 g 无水硫酸钠（4.4），将萃取液经上述玻璃漏斗过滤脱水，滤液收集至浓缩管中；用少量正己烷-丙酮混合溶剂（4.3）对萃取容器和过滤后试样残留物进行不少于 3 次洗涤，洗涤液转入上述玻璃漏斗，合并萃取液。

注：后续净化、浓缩、定容等操作，按样品分析测试方法要求进行。

### 7.3 空白样品的提取

取相同质量的石英砂（4.6）替代试样，按照与试样提取（7.1）和过滤脱水（7.2）相同的步骤进行操作。

## 8 废物处理

实验室产生的含有机试剂的废物应集中保管，送具有资质的单位统一处理。

## 9 注意事项

- 9.1 使用微波萃取方法进行土壤、沉积物样品的处理时，样品应含有一定的水分。
- 9.2 样品萃取后，一定要等到萃取罐冷却至室温，降低萃取罐内有机溶剂产生的压力，方可从密封罐中取出萃取罐，然后打开。
- 9.3 当分析目标化合物为有机氯农药等物质，自然风干脱水方法会造成部分组份的挥发。

附录 A  
(资料性附录)

可用微波萃取法提取的有机物参考名单

表 A.1 可用微波萃取法提取的有机物参考名单

序号	化合物名称	英文名	CAS No.
1	萘	Naphthalene	91-20-3
2	萘烯	Acenaphthylene	208-96-8
3	萘	Acenaphthene	83-32-9
4	芴	Fluorene	86-73-7
5	菲	Phenanthrene	85-01-8
6	蒽	Anthracene	120-12-7
7	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0
8	芘	Pyrene	129-00-0
9	苯并(a)蒽	Benz(a)anthracene	56-55-3
10	蒽	1,2-Benzophenanthracene	218-01-9
11	苯并(b)荧蒽	Benz(b)fluoranthene	205-99-2
12	苯并(k)荧蒽	Benz(k)fluoranthene	207-08-9
13	苯并(a)芘	Benz(a)pyrene	50-32-8
14	二苯并(a,h)蒽	Dibenz(a,h)anthracene	53-70-3
15	苯并(g,h,i)芘	1,12-Benzperylene	191-24-2
16	茚并(1,2,3-cd)芘	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	193-39-5
17	邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7
18	邻苯二甲酸丁基苯酯	Benzyl butyl phthalate	85-68-7
19	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2
20	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl Phthalate	84-66-2
21	邻苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate	131-11-3
22	邻苯二甲酸二正辛基酯	Di-n-octyl phthalate	117-84-0
23	$\alpha$ -六六六	$\alpha$ -BHC	319-84-6
24	$\gamma$ -六六六	$r$ - BHC	58-89-9
25	$\beta$ -六六六	$\beta$ - BHC	319-85-7
26	$\delta$ -六六六	$\delta$ - BHC	319-86-8
27	艾氏剂	Aldrin	309-00-2



28	七氯	Heptachlor	76-44-8
29	氯丹	$\gamma$ - $\alpha$ -chlordane	5103-74-2 \ 57-74-9
30	$\alpha$ -硫丹	$\alpha$ -Endosulfan I	1031-07-8
31	<i>p,p'</i> -滴滴伊	4,4'-DDE	72-55-9
32	狄氏剂	Dieldrin	60-57-1
33	异狄氏剂	Endrin	72-20-8
34	$\beta$ -硫丹	$\beta$ - Endosulfan II	33213-65-9
35	<i>p,p'</i> -滴滴滴	4,4'-DDD	72-54-8
36	<i>o,p'</i> -滴滴涕	2,4'-DDT	789-02-6
37	<i>p,p'</i> -滴滴涕	4,4'-DDT	50-29-3
38	灭蚁灵	Mirex	2385-85-5
39	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7
40	内吸磷	Demeton	8065-48-3
41	乐果	Dimethoate	60-51-5
42	马拉硫磷	Malathion	121-75-5
43	对硫磷	Parathion	56-38-2
44	甲基对硫磷	Parathion-methyl	298-00-0
45	速灭磷	Mevinphos	7786-34-7
46	甲拌磷	Phorate	298-02-2
47	杀螟硫磷	Fenitrothion	122-14-5
48	水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5
49	杀扑磷	Methidathion	950-37-8
50	2,4'-二氯联苯	PCB 8	34883-43-7
51	2,2',5'-三氯联苯	PCB 18	37680-65-2
52	2,4,4'-三氯联苯	PCB 28	7012-37-5
53	2,2',3,5'-四氯联苯	PCB 44	41464-39-5
54	2,2',5,5'-四氯联苯	PCB 52	35693-99-3
55	2,3',4,4'-四氯联苯	PCB 66	32598-10-0
56	3,3',4,4'-四氯联苯	PCB 77	32598-13-3
57	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB 101	37680-73-2
58	2,3,3',4,4'-五氯联苯	PCB 105	32598-14-4
59	2,3',4,4',5'-五氯联苯	PCB 118	31508-00-6
60	3,3',4,4',5'-五氯联苯	PCB 126	57465-28-8
61	2,2',3,3',4,4'-六氯联苯	PCB 128	38380-07-3

62	2,2',3,4,4',5-六氯联苯	PCB 138	35065-28-2.
63	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB 153	35065-27-1
64	2,2',3,3',4,4',5-七氯联苯	PCB 170	35065-30-6
65	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	PCB 180	35065-29-3
66	2,2',3,4',5,5',6-七氯联苯	PCB 187	52663-68-0
67	2,2',3,3',4,5,5',6-八氯联苯	PCB 195	52663-78-2
68	2,2',3,3',4,4',5,5',6-九氯联苯	PCB 206	40186-72-9
69	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十氯联苯	PCB 209	2051-24-3
70	五氯苯酚	Pentachlorophenol	87-86-5
71	2-氯苯酚	2-Chlorophenol	95-57-8
72	2-硝基苯酚	2-Nitrophenol	88-75-5
73	2,4-二氯苯酚	Phenol, 2,4-Dichloro-	120-83-2
74	4-氯-3-甲基酚	Phenol,4-chloro-3-methyl-	59-50-7
75	2,4,6-三氯苯酚	Phenol, 2,4,6-trichloro-	88-6-2
76	2,4-二硝基苯酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5
77	4-硝基苯酚	4-Nitrophenol	100-02-7
78	2,3,4,5-四氯苯酚	2,3,4,5-tetrachlorophenol	4901-51-3
79	2-甲基-4,6-二硝基酚	4,6-dinitro-2-methylphenol	534-52-1