



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 911-2017

土壤和沉积物 有机物的提取 超声波萃取法

Soil and sediment—Extraction of organic compounds

—Ultrasonic extraction

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-12-29 发布

2018-04-01 实施

环 境 保 护 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.....	2
8 质量保证和质量控制.....	3
9 废物处理.....	3
10 注意事项.....	3
附录 A（资料性附录） 可用超声波萃取法提取的有机物参考名单.....	4
附录 B（资料性附录） 不同提取剂的提取效率.....	7

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超声波萃取法。

本标准的附录A和附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：上海市环境监测中心。

本标准环境保护部2017年12月29日批准。

本标准自2018年4月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 有机物的提取 超声波萃取法

警告：实验中使用的有机溶剂及标准溶液均为有毒有害物质，应在通风橱中操作，并按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了提取土壤和沉积物中有机物的超声波萃取法。

本标准适用于土壤和沉积物中多环芳烃、酚类、邻苯二甲酸酯类和有机氯农药等半挥发性有机物的提取，可用本方法提取的有机物参考名单见附录 A。若通过验证，其他有机物也可采用本方法提取。

本标准不适用于在超声波萃取条件下不稳定的有机物（如有机磷农药等）的提取。

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 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

利用超声波辐射产生的机械振动效应、空化效应和扰动效应，通过破坏有机物在土壤和沉积物表面的吸附，增加物质分子运动的频率和速度，提高溶剂的穿透力，从而加速有机物在有机相中的溶解。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

4.1 提取剂。

4.1.1 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）。

4.1.2 正己烷（ C_6H_{14} ）。

4.1.3 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）。

4.1.4 二氯甲烷-丙酮混合溶剂：1+1。

用二氯甲烷（4.1.1）和丙酮（4.1.3）按 1:1 的体积比混合。

4.1.5 正己烷-丙酮混合溶剂：1+1。

用正己烷（4.1.2）和丙酮（4.1.3）按 1:1 的体积比混合。

注：提取剂根据目标化合物的测定可选用二氯甲烷（4.1.1）、正己烷（4.1.2）、二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.1.4）或正己烷-丙酮混合溶剂（4.1.5）中的一种（参见附录 B）。若通过验证，其他溶剂也可作为本方法的提取剂。

4.2 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）：颗粒状。

在 400℃灼烧 4 h 以上，冷却后转移至玻璃瓶，密闭保存于干燥皿中。

4.3 石英玻璃棉。

在 400℃灼烧 1 h 以上，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

5 仪器和设备

5.1 样品超声波提取仪：探头式，功率不小于 500 W，超声波输出功率可调节。

5.2 离心机：2 000 r/min 或以上。

5.3 烘箱：温度可控制在（105±5）℃。

5.4 采样瓶：棕色旋盖大口玻璃瓶，瓶盖具聚四氟乙烯内垫。

5.5 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 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。

6.2 样品的制备

6.2.1 将土壤样品放在不锈钢盘上，除去枝棒、叶片、石子、玻璃、废金属等异物，混匀样品；沉积物样品先去除样品表面的水层，再除去枝棒、叶片、石子、玻璃、废金属等异物，混匀样品。然后按照 HJ/T 166 的要求进行样品缩分。

分析方法中另有规定的，按其规定执行。

6.2.2 提取新鲜样品时，称取约 20 g（精确到 0.01 g）样品于 250 ml 玻璃烧杯中，加入一定量的无水硫酸钠（4.2）（无水硫酸钠的加入量视样品的水分含量而定，但要保证总量不超过烧杯容量的一半），用不锈钢角匙搅拌均匀，使搅拌后的试样呈流沙状，待提取。

注 1：也可使用冷冻干燥法。

注 2：所有样品均不能使用烘箱干燥。

6.3 水分含量的测定

在提取样品的同时，进行水分含量的测定。按照 HJ 613 的要求进行土壤样品干物质的测定，按照 GB 17378.5 的要求进行沉积物样品含水率的测定。

7 提取步骤

7.1 在装有试样的烧杯（6.2.2）中加入约 50 ml 的提取剂（4.1），保证加入的提取剂液面高出固体试样表面约 2 cm，超声波提取仪探头插入至液面以下 1 cm 处，但必须在固体试样表面以上（可根据试样的体积，适当增加或减少提取剂的加入量）。

7.2 调节超声波提取仪的功率及探头深度，保证试样在提取时能够被完全翻动，超声提取 3 min。

7.3 在漏斗颈部放入少量石英玻璃棉（4.3），再加入适量无水硫酸钠（4.2），提取液经漏斗干燥过滤。

注：超声提取后，如提取液中悬浮有固体颗粒物，需经离心分离。将提取液倒入离心管，低速离心去除其中的固体颗粒，后续步骤同 7.3。

7.4 再重复提取两次，合并三次提取液，待后续处理。

8 质量保证和质量控制

质量保证和质量控制的要求，参照具体化合物的对应分析方法标准。

9 废物处理

实验室产生的固体废物应集中保管，送具有资质的单位统一处理。

10 注意事项

10.1 在采样和超声波提取过程中均应避免接触塑料制品。

10.2 样品提取完成后，应用提取剂冲洗超声波提取仪探头，冲洗液并入提取液。

附录 A
(资料性附录)

可用超声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号
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	Chrysene	218-01-9
11	苯并[b]荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	205-99-2
12	苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9
13	苯并[a]芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8
14	二苯并[a,h]蒽	Dibenzo[a,h]anthracene	53-70-3
15	苯并[g,h,i]花	Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2
16	茚并[1,2,3-c,d]芘	Indeno[1,2,3-c,d]pyrene	193-39-5
17	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7
18	N-亚硝基二甲胺	N-Nitrosodimethylamine	62-75-9
19	邻苯二甲酸二正丁酯	Di-n-butyl 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	邻苯二甲酸二正辛酯	Di-n-octyl phthalate	117-84-0
23	五氯苯酚	Pentachlorophenol	87-86-5
24	2-氯苯酚	2-Chlorophenol	95-57-8
25	2-硝基苯酚	2-Nitrophenol	88-75-5
26	2,4-二氯苯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2
27	4-氯-3-甲基苯酚	4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7
28	2,4,6-三氯苯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2
29	2,4-二硝基苯酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5
30	4-硝基苯酚	4-Nitrophenol	100-02-7

续表

序号	化合物名称	英文名	CAS号
31	苯酚	Phenol	108-95-2
32	双(2-氯乙基)醚	Bis(2-chloroethyl) ether	111-44-4
33	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
34	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
35	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
36	双(2-氯异丙基)醚	Bis(2-chloroisopropyl) ether	108-60-1
37	2-甲基苯酚	2-Methylphenol	95-48-7
38	六氯乙烷	Hexachloroethane	67-72-1
39	4-甲基苯酚	4-Methylphenol	106-44-5
40	N-亚硝基二正丙胺	N-Nitrosodi-n-propylamine	621-64-7
41	硝基苯	Nitrobenzene	98-95-3
42	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1
43	2,4-二甲基苯酚	2,4-Dimethylphenol	105-67-9
44	双(2-氯乙氧基)甲烷	Bis(2-chloroethoxy)methane	111-91-1
45	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
46	4-氯苯胺	4-Chloroaniline	106-47-8
47	六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	87-68-3
48	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6
49	六氯环戊二烯	Hexachlorocyclopentadiene	77-47-4
50	2,4,5-三氯苯酚	2,4,5-Trichlorophenol	95-95-4
51	2-氯萘	2-Chloronaphthalene	91-58-7
52	2-硝基苯胺	2-Nitroaniline	88-74-4
53	2,6-二硝基甲苯	2,6-Dinitrotoluene	606-20-2
54	3-硝基苯胺	3-Nitroaniline	99-09-2
55	二苯并呋喃	Dibenzofuran	132-64-9
56	2,4-二硝基甲苯	2,4-Dinitrotoluene	121-14-2
57	4-氯苯基苯基醚	4-Chlorophenyl phenyl ether	7005-72-3
58	4-硝基苯胺	4-Nitroaniline	100-01-6
59	偶氮苯	Azobenzene	103-33-3
60	4-溴苯基苯基醚	4-Bromophenyl phenyl ether	101-55-3
61	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1
62	咔唑	Carbazole	86-74-8
63	邻苯二甲酸丁苄酯	Benzyl butyl phthalate	85-68-7
64	α -六六六	α -BHC	319-84-6

续表

序号	化合物名称	英文名	CAS号
65	γ -六六六	γ -BHC	58-89-9
66	β -六六六	β -BHC	319-85-7
67	δ -六六六	δ -BHC	319-86-8
68	艾氏剂	Aldrin	309-00-2
69	七氯	Heptachlor	76-44-8
70	α -氯丹	α -Chlordane	5103-71-9
71	γ -氯丹	γ -Chlordane	5103-74-2
72	硫丹 I	Endosulfan I	959-98-8
73	p,p'-滴滴伊	p,p'-DDE	72-55-9
74	狄氏剂	Dieldrin	60-57-1
75	异狄氏剂	Endrin	72-20-8
76	硫丹 II	Endosulfan II	33213-65-9
77	p,p'-滴滴滴	p,p'-DDD	72-54-8
78	p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	50-29-3
79	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	1031-07-8
80	异狄氏剂醛	Endrin aldehyde	7421-93-4
81	异狄氏剂酮	Endrin ketone	53494-70-5
82	环氧七氯	Heptachlor epoxide	1024-57-3
83	甲氧氯	Methoxychlor	72-43-5

附录 B
(资料性附录)
不同提取剂的提取效率

选用标准土壤样品（半挥发性有机物标准土浓度约为 1 mg/kg，有机氯农药标准土浓度约为 5 μg/kg），通过不同的提取剂，对每个样品提取 3 次，每次提取 3 min，经氮吹浓缩仪浓缩，半挥发性有机物分析方法采用气相色谱-质谱法，有机氯农药分析方法采用气相色谱-电子捕获检测法，测定结果见表 B.1 和表 B.2。

表 B.1 不同溶剂对半挥发性有机物的提取效率 (%)

序号	化合物名称	CAS 号	二氯甲烷		二氯甲烷-丙酮 (1+1)		正己烷		正己烷-丙酮 (1+1)	
			回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差
1	2-甲基苯酚	95-48-7	52.2	1.6	33.5	2.9	13.3	3.3	46.2	2.3
2	苯酚	108-95-2	50.4	2.3	40.8	3.2	6.32	2.2	43.7	4.7
3	4-甲基苯酚	106-44-5	50.0	0.71	32.0	4.8	9.52	2.9	40.3	5.4
4	异佛尔酮	78-59-1	52.3	6.6	52.7	3.1	5.42	4.4	62.1	3.4
5	2-硝基苯酚	88-75-5	50.4	4.1	87.1	5.1	48.0	10	95.5	6.9
6	2,4-二甲基苯酚	105-67-9	56.2	7.8	42.7	4.0	27.8	8.3	47.4	7.2
7	双(2-氯乙氧基)甲烷	111-91-1	51.6	5.5	16.0	6.5	15.9	6.8	34.7	4.3
8	2,4-二氯苯酚	120-83-2	52.5	2.8	39.9	3.3	26.0	5.4	44.3	2.1
9	1,2,4-三氯苯	120-82-1	52.2	2.2	16.3	1.8	5.64	2.5	14.3	0.98
10	萘	91-20-3	50.6	6.6	20.2	7.3	30.4	6.5	53.8	5.2
11	4-氯-3-甲基苯酚	59-50-7	57.2	1.6	47.2	7.2	16.3	10	52.6	5.9
12	2,4,6-三氯苯酚	88-06-2	56.9	2.4	49.2	2.8	29.5	8.0	56.0	2.8
13	2,4,5-三氯苯酚	95-95-4	59.5	4.2	59.1	5.3	26.7	7.1	62.1	7.4
14	蒎烯	208-96-8	56.8	1.8	6.73	0.37	1.99	4.2	8.50	0.56
15	邻苯二甲酸二甲酯	131-11-3	75.8	4.4	39.6	5.3	17.2	1.1	27.6	0.88
16	2,4-二硝基甲苯	121-14-2	65.0	2.6	42.7	5.6	31.9	2.3	46.9	3.5
17	2-氯萘	91-58-7	54.5	6.1	21.8	3.1	54.1	3.8	66.3	5.4
18	2-硝基苯胺	88-74-4	54.2	4.4	55.0	3.6	27.5	7.6	38.8	9.7
19	蒈	83-32-9	52.6	9.2	36.9	4.8	38.2	3.6	69.4	10
20	3-硝基苯胺	99-09-2	56.0	3.5	55.7	6.0	25.1	9.1	58.4	5.5
21	二苯并呋喃	132-64-9	52.4	3.4	36.9	3.8	33.2	6.3	43.5	3.6

续表

序号	化合物名称	CAS号	二氯甲烷		二氯甲烷-丙酮 (1+1)		正己烷		正己烷-丙酮 (1+1)	
			回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差
22	4-硝基苯酚	100-02-7	57.5	12	87.0	5.1	54.8	6.5	95.3	8.8
23	2,6-二硝基甲苯	606-20-2	57.7	2.6	53.1	2.2	10.0	1.7	57.7	4.7
24	芴	86-73-7	56.3	0.62	34.7	0.31	32.7	1.6	45.8	0.48
25	邻苯二甲酸二乙酯	84-66-2	64.9	1.3	81.0	0.66	9.69	0.54	88.6	5.7
26	4-溴苯基苯基醚	101-55-3	53.8	5.2	44.4	3.3	36.5	6.3	49.8	3.5
27	六氯苯	118-74-1	55.6	2.7	17.7	4.2	17.3	3.3	39.0	0.29
28	菲	85-01-8	62.2	2.8	43.6	2.5	54.0	4.9	45.1	4.1
29	蒽	120-12-7	58.0	1.2	45.7	2.2	30.3	2.3	58.5	3.1
30	邻苯二甲酸二正丁酯	84-74-2	87.6	5.3	91.5	11	6.13	0.77	100.3	8.6
31	荧蒽	206-44-0	66.5	2.9	61.1	3.2	51.7	3.7	68.7	4.3
32	芘	129-00-0	66.1	2.3	15.1	4.2	15.9	3.3	44.0	0.99
33	邻苯二甲酸丁苯酯	85-68-7	80.5	5.4	74.1	6.5	13.9	1.9	80.5	5.5
34	苯并[a]蒽	56-55-3	61.2	3.3	57.4	7.8	47.4	3.3	65.5	7.1
35	蒾	218-01-9	69.0	5.1	62.1	3.1	51.9	7.1	67.3	6.2
36	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	117-81-7	99.2	6.8	105	5.3	10.7	1.2	115	11
37	邻苯二甲酸二正辛酯	117-84-0	104	2.6	84.2	2.7	13.0	1.0	90.3	8.8
38	苯并[b]荧蒽	205-99-2	59.8	4.2	56.1	2.5	46.7	4.3	63.5	8.4
39	苯并[k]荧蒽	207-08-9	62.6	2.5	59.9	1.6	40.4	2.1	63.0	3.9
40	苯并[a]芘	50-32-8	54.0	2.5	50.5	5.3	33.9	2.2	55.5	5.2

表 B.2 不同溶剂对有机氯农药的提取效率 (%)

序号	化合物名称	CAS 号	二氯甲烷		二氯甲烷-丙酮 (1+1)		正己烷		正己烷-丙酮 (1+1)	
			回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差
1	δ-六六六	319-86-8	87.6	6.3	80.9	3.0	24.1	6.4	27.1	3.4
2	α-六六六	319-84-6	85.1	7.7	69.4	12	25.3	8.6	23.0	11
3	β-六六六	319-85-7	75.5	6.0	68.3	4.4	33.4	6.2	31.6	3.8
4	α-氯丹	5103-71-9	90.9	7.5	83.3	4.0	26.5	4.1	25.7	9.0
5	γ-氯丹	5103-74-2	86.2	5.5	80.1	6.2	22.4	6.2	20.7	6.3
6	p,p'-滴滴滴	72-54-8	87.8	7.3	84.1	4.5	24.5	10	25.0	4.4
7	p,p'-滴滴伊	72-55-9	93.7	6.5	87.3	5.8	22.9	6.8	23.6	5.2
8	p,p'-滴滴涕	50-29-3	91.6	12	82.7	4.2	91.0	11	93.6	13
9	狄氏剂	60-57-1	81.4	5.0	77.6	3.4	19.9	6.9	20.2	1.4
10	硫丹 II	33213-65-9	83.6	11	92.9	8.2	12.5	9.6	38.1	3.6
11	硫丹硫酸酯	1031-07-8	104	7.4	100	1.7	2.9	0.30	26.4	4.6
12	异狄氏剂醛	7421-93-4	67.4	11	74.6	6.4	18.2	5.9	84.6	4.6
13	异狄氏剂酮	53494-70-5	86.8	7.1	83.6	7.5	23.3	6.5	69.3	1.3
14	异狄氏剂	72-20-8	113	3.9	102	4.8	115	15	117	5.9
15	七氯	76-44-8	116	2.3	90.6	1.7	59.1	7.4	61.5	8.4
16	环氧七氯	1024-57-3	82.4	14	75.1	12	24.9	3.9	21.9	2.4
17	甲氧氯	72-43-5	109	15	101	8.3	18.2	6.4	110	6.3