

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

固体废物 有机物的提取

微波萃取法

Waste solid-Distilling of organic compound - Microwave extraction

(征求意见稿)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□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.....	1
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	2
8 质量保证和质量控制.....	3
9 注意事项.....	3
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.....	4
附录 B（资料性附录）微波萃取法与索氏提取法提取有机物的比较.....	7
附录 C（资料性附录）微波萃取法的精密度和准确度.....	10

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物中有机物的提取方法，制定本标准。

本标准规定了固体废物中有机物提取的微波萃取法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 有机物的提取 微波萃取法

警告：试验中所使用的有机溶剂及标准物质均为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩带防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本方法规定了固体废物中的有机物提取的微波萃取法。

本方法适用于固体废物中多环芳烃、酞酸酯类化合物、有机氯农药、有机磷农药以及多氯联苯等半挥发性或不挥发性有机物的提取。其他有机物如果通过验证也可适用本标准。

2 规范性引用文件

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

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

3 方法原理

微波射线自由透过透明的萃取介质，深入样品基体内部，由于不同物质的 $\tan \delta$ 值不同，对微波能的吸收程度也不同，微波可以对体系不同组分进行选择性的加热，从而使被萃取物质从基体或体系中分离出来，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的分析纯试剂和蒸馏水。

4.1 有机溶剂：正己烷、丙酮、二氯甲烷或其他等效有机溶剂。

4.2 萃取溶剂：正己烷/丙酮（1:1）。

4.3 无水硫酸钠：无水硫酸钠应在 500 °C 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。

4.4 干燥剂：粒状硅藻土或其他等效干燥剂。

5 仪器和设备

5.1 微波萃取装置：含装置配备的制样杯和密封罐。

5.2 分析天平：精度 0.01 g。

5.3 土壤筛：孔径 1 mm。

5.4 浓缩装置：氮吹仪、旋转蒸发仪、K-D 浓缩仪或其他具有相当功能的设备。

5.5 白色搪瓷托盘

5.6 玻璃（或其他无干扰物的材质器皿）研钵

5.7 棕色玻璃瓶：广口，具塞

5.8 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 采集与保存

参照 HJ/T 20 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。

固体废物样品采集后保存在用有机溶剂（4.1）清洗洁净、不存在干扰物的棕色玻璃瓶（5.7）中，密封避光、低温保存，尽快运回实验室，途中避免干扰引入或样品被破坏。如暂不能分析，应在 4℃ 以下冷藏保存，用于测定性质稳定的有机物样品保存时间为 30 d，用于测定其他半挥发性有机物的样品可保存时间 10 d。

6.2 试样的制备

将采集好的固体废物样品，置于不吸收土壤湿分、不造成污染的洁净白色搪瓷托盘（5.5）上，先剔除杂质，依据待分析目标物的性质，选择不同的方法去除水分。

方法一：使用不锈钢等金属工具压碎样品，平摊成 2 cm~3 cm 厚的薄层晾干，避光、风干。

方法二：使用冷冻干燥对样品进行脱水。

方法三：用干燥剂（4.4）将样品干燥至散粒状。

取适量除去水分的样品约 100 g 放入玻璃（或其他无干扰物的材质器皿）研钵（5.6）中研细，过土壤筛（5.3）使样品均匀化。

6.3 样品干重的测定

称取 10 g（精确到 0.01 g）样品，根据 HJ 613 的相关规定测定样品干物质含量。

7 分析步骤

7.1 样品提取

准确称取 5~10 g 的待测样品置于微波专用的制样杯内，加入 30 ml 萃取溶剂（4.2）。把装有样品的制样杯放到密封罐中，然后将密封罐放到微波仪中，设定萃取温度和萃取时间，

开启仪器进行萃取。

7.2 萃取条件

- (1) 多环芳烃类：预加热时间：5 min；萃取时间：10 min；加热温度：90 ℃。
- (2) 酞酸酯类：预加热时间：5 min；萃取时间：10 min；加热温度：100 ℃。
- (3) 有机氯农药：预加热时间：5 min；萃取时间：10 min；加热温度：110 ℃。
- (4) 有机磷农药：预加热时间：5 min；萃取时间：10 min；加热温度：90 ℃。
- (5) 多氯联苯：预加热时间：5 min；萃取时间：10 min；加热温度：110 ℃。
- (6) 其他半挥发性或不挥发性有机物：预加热时间：5 min；萃取时间：15 min；加热温度：100 ℃。

7.3 萃取液过滤

萃取完成后，待萃取液降至室温后，将萃取液除水过滤：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（4.3），将萃取液经上述漏斗直接过滤到浓缩管中，用少量萃取溶剂（4.2）进行不少于 3 次洗涤萃取容器和过滤后残留物，合并萃取液。

8 质量保证和质量控制

- 8.1 样品萃取前应确认所有使用的器皿和试剂均不存在干扰物。
- 8.2 每批（20个）样品应分析一个全程序空白。全程序空白样品可用石英砂。
- 8.3 每批（20个）样品应至少分析两个样品加标。
- 8.4 每批（20个）样品应至少分析两个样品平行。

9 注意事项

- 9.1 当分析目标化合物为有机氯农药时，自然风干脱水方法会造成部分组份挥发。
- 9.2 对于粘性样品、纤维或油腻的样品，应该切碎、绞碎或采取其它方法将样品处理成较小体积，可加入干燥剂（4.4）研磨成颗粒状。对于干燥的固体废物，可以直接粉碎研磨均化。
- 9.3 要注意萃取过程中制样杯的密封，防止有机溶剂的泄漏；样品萃取后，一定要等到制样罐冷却至室温后，降低制样杯内的有机溶剂的压力，方可取出打开制样杯。

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

附表A. 1 可用微波萃取法提取的有机物参考名单

序号	名称	英文名	CAS No.
1	萘	Naphthalene	91-20-3
2	萘烯	acenaphthene	208-96-8
3	萘	acenaphthylene	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	benzo(a)anthracene	56-55-3
10	1,2-苯并菲	1,2-Benzophenanthracene	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	1,12-苯并芘	1,12-Benzoperylene	191-24-2
16	茚并(1,2,3-cd)芘	INDENO(1,2,3-cd)pyrene	193-39-5
17	双(2-乙基己基)酞酸酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7
18	丁基苯基酞酸酯	Benzyl butyl phthalate	85-68-7
19	酞酸二正丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2
20	酞酸二乙酯	Diethyl Phthalate	84-66-2
21	酞酸二甲酯	Dimethyl phthalate	131-11-3
22	酞酸二正辛基酯	Di-n-octyl phthalate	117-84-0
23	α -666	α -BHC	319-84-6
24	γ -666	γ -BHC	58-89-9
25	β -666	β -BHC	319-85-7
26	δ -666	δ -BHC	319-86-8
27	艾氏剂	aldrin	309-00-2
28	七氯	heptachlor	76-44-8
29	氯丹	Gamm\alpha chlordanes	5103-74-2
30	α -硫丹	α -endosulfan I	1031-07-8
31	PP'-DDE	4,4'-DDE	72-55-9
32	狄氏剂	dieldrin	60-57-1
33	异狄氏剂	endrin	72-20-8
34	β -硫丹	Beta- endosulfan II	33213-65-9
35	PP'-DDD	4,4'-DDD	72-54-8
36	O,P'-滴滴涕	OP'-DDT	789-02-6
37	PP'-DDT	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',4,4',5,6-2,2',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	十氯联苯	PCB 209	2051-24-3
70	N-亚硝基二甲胺	N-Nitrosodimethylamine	62-75-9
71	N-亚硝基二正丙胺	N-Nitrosodi-n-propylamine	621-64-7
72	苯 酚	Phenol	108-95-2
73	2-氯苯酚	2-Chlorophenol	95-57-8
74	2-甲基苯酚	2-methyl-Phenol	95-48-7
75	4-甲基苯酚	4-Methylphenol	106-44-5
76	2-硝基苯酚	2-Nitrophenol	88-75-5
77	2,4-二甲苯酚	2,4-dimethylphenol	105-67-9
78	2,4-二氯苯酚	Phenol, 2,4-dichloro-	120-83-2
79	4-氯-3-甲基酚	Phenol,4-chloro-3-methyl-	59-50-7

80	2,4,6-三氯苯酚	Phenol, 2,4,6-trichloro-	88-6-2
81	4-硝基苯酚	4-Nitrophenol	100-02-7
82	2,4,5-三氯苯酚	2,4,5-trichlorophenol	95-95-4
83	五氯苯酚	Pentachlorophenol	87-86-5
84	4, 6-二硝基-2-甲酚	4,6-dinitro-2-methylphenol	534-52-1
85	2,4-二硝基苯酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5
86	2,4-二硝基甲苯	2,4-Dinitrotoluene	121-14-2
87	硝基苯	Benzene, nitro-	98-95-3
88	2,6-二硝基甲苯	2,6-Dinitrotoluene	606-20-2
89	2-硝基苯胺	2-Nitroaniline	88-74-4
90	3-硝基苯胺	3-Nitroaniline	99-09-2
91	4-硝基苯胺	4-Nitroaniline	100-01-6
92	4-氯苯胺	4-Chloroaniline	106-47-8
93	1,3-二氯苯	Benzene, 1,3-dichloro-	541-73-1
94	1,4-二氯苯	Benzene, 1,4-dichloro-	106-46-7
95	1,2-二氯苯	Benzene, 1,2-dichloro-	95-50-1
96	1,2,4-三氯苯	Benzene, 1,2,4-trichloro-	120-82-1
97	咔唑	Carbazole	86-74-8
98	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1
99	六氯丁二烯	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-	87-68-3
100	六氯乙烷	Hexachloroethane	118-74-1
101	六氯环戊二烯	1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-	77-47-4
102	双(2-氯乙氧基) 甲烷	Methane, bis(2-chloroethoxy)-	111-91-1
103	偶氮苯	Azobenzene	103-33-3
104	4-溴二苯基醚	4-Bromophenyl phenyl ether	101-55-3
105	双(2-氯乙基)醚	Bis(2-chloroethyl) ether	111-44-4
106	4-氯苯基苯基醚	4-Chlorophenyl phenyl ether	7005-72-3
107	双(2-氯异丙基)醚	Bis(2-chloroisopropyl)ther	108-60-1
108	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1
109	二苯并呋喃	Dibenzofuran	132-64-9
110	2-氯萘	Naphthalene, 2-chloro-	91-58-7

附录B
(资料性附录)
微波萃取法与索式提取法提取有机物的比较

附表B. 1 微波萃取法与索式提取法提取有机物的比较

序号	化合物名称	微波萃取		索氏萃取	
		回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
1	萘	75.1	5.7	70.5	7.9
2	蒽烯	72.8	4.0	74.1	10.7
3	蒽	78.5	3.3	62.4	6.1
4	芴	84.4	3.8	64.9	6.4
5	菲	88.8	4.2	64.8	6.0
6	蒽	88.0	3.0	81.1	10.1
7	荧蒽	89.3	4.7	76.9	8.6
8	芘	91.3	3.0	78.7	5.5
9	苯并(a)蒽	86.1	5.4	79.8	7.2
10	1,2-苯并菲	87.5	3.1	83.4	5.3
11	苯并(b)荧蒽	91.7	2.9	76.1	6.5
12	苯并(k)荧蒽	91.4	2.8	80.4	16.3
13	苯并(a)芘	88.2	3.1	82.5	5.1
14	二苯并(a,h)蒽	88.6	3.1	81.6	5.1
15	1,12-苯并茈	91.7	2.9	85.7	5.7
16	茚并(1,2,3-cd)芘	92.8	2.8	85.1	5.9
17	双(2-乙基己基)酞酸酯	84.1	9.3	68.6	5.4
18	丁基苯基酞酸酯	78.4	5.0	69.9	10.1
19	酞酸二正丁酯	87.0	5.6	87.1	15.0
20	酞酸二乙酯	89.3	4.7	82.1	5.2
21	酞酸二甲酯	92.5	2.9	71.4	12.4
22	酞酸二正辛基酯	90.0	4.0	79.7	8.5
23	α -666	59.6	8.3	71.6	16.4
24	γ -666	64.9	4.6	70.1	12.5
25	β -666	78.0	3.2	65.6	13.9
26	δ -666	83.7	3.6	66.7	6.8
27	艾氏剂	65.8	5.9	65.2	5.3
28	七氯	68.5	8.5	68.9	10.2
29	氯丹	80.1	5.3	64.4	6.6
30	α -硫丹	82.6	3.7	69.4	9.3
31	PP'-DDE	86.4	5.7	76.6	6.9
32	狄氏剂	84.9	3.4	79.0	7.5
33	异狄氏剂	105	5.0	83.7	4.4
34	β -硫丹	82.4	3.0	79.6	8.8
35	PP'-DDD	83.5	3.8	76.6	8.0
36	OP'-DDT	86.3	3.2	80.3	5.9

37	PP'-DDT	86.4	3.1	79.4	8.0
38	灭蚊灵	85.0	3.0	77.2	4.9
39	敌敌畏	56.7	6.5	71.2	8.8
40	内吸磷	64.3	4.3	72.6	11.1
41	乐果	55.3	5.7	74.9	11.6
42	马拉硫磷	73.1	4.9	79.0	7.2
43	对硫磷	77.6	3.4	72.1	4.5
44	甲基对硫磷	87.8	3.4	81.9	4.2
45	速灭磷	88.3	3.1	82.5	4.9
46	甲拌磷	86.7	3.0	88.5	4.8
47	杀螟硫磷	78.9	3.1	86.0	4.5
48	水胺硫磷	74.1	3.7	69.8	4.3
49	杀扑磷	80.5	3.9	72.7	11.5
50	PCB 8	61.5	8.2	57.8	5.4
51	PCB 18	65.6	5.7	67.4	14.0
52	PCB 28	66.8	5.7	64.6	4.3
53	PCB 44	76.2	3.4	68.8	6.9
54	PCB 52	78.5	5.1	76.3	6.0
55	PCB 66	86.7	3.0	73.5	5.0
56	PCB 77	91.1	3.1	77.2	5.1
58	PCB 101	91.7	3.4	82.7	5.0
58	PCB 105	95.1	7.6	84.6	5.5
59	PCB 118	94.1	3.1	88.0	5.1
60	PCB 126	93.7	3.4	80.8	4.8
61	PCB 128	93.0	2.8	76.3	6.1
62	PCB 138	95.4	3.0	81.5	5.9
63	PCB 153	94.2	3.1	83.3	5.6
64	PCB 170	94.8	2.7	86.6	5.6
65	PCB 180	97.2	3.1	86.4	4.8
66	PCB 187	98.2	2.7	90.5	4.8
67	PCB 195	99.8	3.8	87.5	5.5
68	PCB 206	97.3	2.3	88.6	5.4
69	PCB 209	98.9	2.4	91.9	5.5
70	N-亚硝基二甲胺	46.9	8.1	40.8	9.9
71	N-亚硝基二正丙胺	83.9	3.5	60.5	6.5
72	苯 酚	50.1	7.9	47.7	14.6
73	2-氯苯酚	84.7	3.6	90.0	6.2
74	2-甲基苯酚	79.2	5.3	67.7	6.9
75	4-甲基苯酚	85.2	3.9	74.3	4.7
76	2-硝基苯酚	53.1	6.4	74.1	5.1
77	2,4-二甲苯酚	66.6	5.8	50.3	6.7
78	2,4-二氯苯酚	75.3	3.2	62.1	4.9
79	4-氯-3-甲基酚	65.1	4.3	68.3	6.3
80	2,4,6-三氯苯酚	75.6	5.0	70.2	5.8

81	4-硝基苯酚	88.5	2.9	81.7	4.7
82	2,4,5-三氯苯酚	82.8	3.0	61.5	6.4
83	五氯苯酚	81.2	5.1	78.5	4.7
84	4, 6-二硝基-2-甲酚	62.3	6.4	67.5	5.1
85	2,4-二硝基苯酚	72.4	3.8	62.3	5.0
86	2,4-二硝基甲苯	90.9	4.0	80.6	5.4
87	硝基苯	85.4	3.9	78.4	5.0
88	2,6-二硝基甲苯	85.3	4.5	69.0	4.6
89	2-硝基苯胺	84.0	3.4	76.6	8.8
90	3-硝基苯胺	87.5	3.2	79.4	6.1
91	4-硝基苯胺	87.6	2.9	84.8	5.2
92	4-氯苯胺	75.2	5.6	78.7	5.2
93	1,3-二氯苯	70.6	5.4	70.3	9.1
94	1,4-二氯苯	84.9	3.5	72.9	14.1
95	1,2-二氯苯	82.7	4.6	69.4	10.5
96	1,2,4-三氯苯	90.1	3.4	73.4	15.6
97	咔唑	59.8	10.7	77.2	7.0
98	六氯苯	85.5	3.1	80.8	8.7
99	六氯丁二烯	83.5	3.1	67.3	5.2
100	六氯乙烷	87.0	3.3	64.8	5.6
101	六氯环戊二烯	89.5	3.0	76.8	9.9
102	双(2-氯乙氧基) 甲烷	69.2	7.7	74.4	6.5
103	偶氮苯	101	4.2	91.1	8.5
104	4-溴二苯基醚	85.9	3.4	90.6	10.8
105	双(2-氯乙基)醚	87.4	3.1	82.7	6.5
106	4-氯苯基苯基醚	87.4	2.9	85.7	7.6
107	双(2-氯异丙基)醚	81.3	3.5	85.6	9.7
108	异佛尔酮	60.1	10.3	65.6	8.9
109	二苯并呋喃	80.8	4.6	65.8	5.2
110	2-氯萘	83.8	3.3	66.4	11.7

分析条件为：色谱柱：DB-5MS（30 m×0.25 mm×0.25 μm）或等效质谱分析专用色谱柱；
 气相色谱条件：进样口温度：270 °C；不分流进样(0.75 min 后打开分流，分流流量 60 ml/min)；
 柱流量：1.0 ml/min；柱箱温度：40 °C，以 20 °C/min 升温至 280 °C，保持 30 min；进样量：
 1.0 μl。质谱分析条件：四极杆：150 °C；离子源：230 °C；传输线温度：280 °C；全扫描(SCAN)
 模式；溶剂延迟时间：3 min。

附录C
(资料性附录)
微波萃取法的精密度和准确度

表C.1 微波萃取法的精密度和准确度

化合物 名称	测定次数	含量 /μg/kg	标准偏差 Si	相对标准偏差 RSD (%)	加标回收率 (%)
多环芳烃类	6	100	4.7	5.4	87.1
	6	500	9.5	2.0	95.6
	6	1000	8.0	0.8	98.2
酞酸酯类	6	100	4.4	4.9	89.2
	6	500	11.1	2.4	94.0
	6	1000	7.1	0.7	98.3
有机氯农药	6	100	3.9	3.9	98.4
	6	500	8.9	1.8	96.4
	6	1000	3.6	0.4	99.2
有机磷农药	6	100	4.8	5.7	85.1
	6	500	10.8	2.3	95.0
	6	1000	4.0	0.4	96.8
多氯联苯	6	100	4.2	4.3	98.0
	6	500	8.6	1.8	97.4
	6	1000	5.2	0.5	99.2
其他有机物	6	100	4.1	4.4	93.0
	6	500	8.1	1.7	97.2
	6	1000	5.2	0.5	98.7