

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1485—2026

水质 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of 6 phthalate esters (PAEs)
—Gas chromatography

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-08-12发布

2027-01-01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 干扰和消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	3
7 样品	3
8 分析步骤	5
9 结果计算与表示	5
10 准确度	6
11 质量保证和质量控制	7
12 注意事项	7
附录A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限	8
附录B（资料性附录） 硅酸镁层析柱月桂酸值的测定和填料用量的确定	9
附录C（资料性附录） 辅助定性色谱参考条件	10
附录D（资料性附录） 方法的准确度	11

前 言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》《生态环境监测条例》等法律法规的规定，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的气相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省无锡环境监测中心、国家环境分析测试中心。

本标准验证单位：江南大学、湖北省生态环境监测中心站、江苏省镇江环境监测中心、江苏省苏力环境科技有限责任公司、江苏宣溢环境科技有限公司、常州磐信环保科技有限公司。

本标准生态环境部 2026 年 8 月 12 日批准。

本标准自 2027 年 1 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有害，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内操作；并按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的气相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中邻苯二甲酸二甲酯（DMP）、邻苯二甲酸二乙酯（DEP）、邻苯二甲酸二丁酯（DBP）、邻苯二甲酸丁基苄基酯（BBP）、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）和邻苯二甲酸二正辛酯（DNOP）共 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定。

当取样体积为 1 000 mL，定容体积为 5.0 mL，进样量为 1.0 μL 时，方法检出限为 0.3 $\mu\text{g/L}$ ～0.4 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.2 $\mu\text{g/L}$ ～1.6 $\mu\text{g/L}$ 。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

样品用二氯甲烷萃取，经浓缩、净化、定容后，用气相色谱仪分离，氢火焰离子化检测器（FID）检测，根据保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

茚对邻苯二甲酸二乙酯的测定有干扰，石油烃 $\text{C}_{10}\text{--C}_{40}$ 对邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯的测定有干扰，可使用硅酸镁层析柱（5.21）或固相萃取柱（5.23）按照 7.2.3 的净化步骤消除干扰。

邻苯二甲酸二丙酯、苯甲酸苄酯、邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸二戊酯、邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸二异癸酯、氯磷酸二苯酯、邻苯二甲酸二（十一烷基）酯等不干扰测定。邻苯二甲酸二己酯与邻苯二甲酸丁基苄基酯、邻苯二甲酸二庚酯与邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯保留时间相同，当邻苯二甲酸丁基苄基酯、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯有检出时，可通过固定相为 14% 氰丙基苯基 86% 甲基聚硅氧烷的色谱柱验证，或使用气相色谱-质谱仪确认定性结果。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂。

5.1 实验用水。

实验用水中目标化合物测定值应低于方法检出限，可采用二氯甲烷（5.2）进行萃取，取 1 L 新制备的纯水于分液漏斗中，加入 100 mL 二氯甲烷（5.2），振摇 10 min，注意放气，静置分层后弃去二氯甲烷。临用现制。

5.2 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：色谱纯。二氯甲烷中目标化合物测定值应低于方法检出限，可用酸性硅胶柱（5.22）净化。临用现制。

5.3 正己烷（ C_6H_{14} ）：色谱纯。

5.4 乙醚[(C_2H_5) $_2\text{O}$]：色谱纯。

5.5 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

5.6 盐酸（ HCl ）： $\rho(\text{HCl})=1.18\text{ g/mL}$ ， $w\in[36.0\%, 38.0\%]$ ，优级纯。

5.7 盐酸溶液。

盐酸（5.6）和实验用水（5.1）按 1:1 体积比混合均匀。

5.8 硫酸（ H_2SO_4 ）： $w\in[95\%, 98\%]$ ，优级纯。

5.9 氢氧化钠（ NaOH ）：优级纯。

5.10 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=0.4\text{ g/mL}$ 。

称取 40 g 氢氧化钠（5.9）溶于实验用水（5.1）中，定容至 100 mL。

5.11 氯化钠（ NaCl ）。

400℃灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中并用铝箔（5.24）封口，置于干燥器内贮存，保存期不应超过 14 d。或使用前用二氯甲烷（5.2）洗涤 2 次。

5.12 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）。

400℃灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中并用铝箔（5.24）封口，置于干燥器内贮存，保存期不应超过 14 d。或使用前用二氯甲烷（5.2）洗涤 2 次。

5.13 乙醚-正己烷混合溶液。

用乙醚（5.4）和正己烷（5.3）按 1:3 体积比混合均匀，临用现配。

5.14 邻苯二甲酸酯类化合物标准贮备液： $\rho=2\ 000\text{ mg/L}$ 。

可购买有证标准溶液，目标化合物包括邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸丁基苄基酯、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯和邻苯二甲酸二正辛酯。按照产品说明书保存。

5.15 邻苯二甲酸酯类化合物标准使用液： $\rho=50.0\text{ mg/L}$ 。

准确移取适量邻苯二甲酸酯类化合物标准贮备液（5.14）用正己烷（5.3）稀释，4℃以下冷藏，密封、避光保存，保存期为 60 d。

5.16 玻璃棉。

400℃灼烧 4 h，冷却密封后，置于干燥器内贮存，保存期不应超过 14 d。或使用前用二氯甲烷（5.2）洗涤 2 次。

5.17 硅酸镁填料：农残级（PR）， $150\text{ }\mu\text{m}\sim 250\text{ }\mu\text{m}$ （100 目～60 目）。

硅酸镁填料的活化：称取 100 g 硅酸镁填料于 500 mL 烧杯中，于 140℃加热 16 h，趁热转移至 500 mL 磨口玻璃瓶中，密封并冷却至室温。冷却后，加入 3 mL 实验用水（5.1），振摇 10 min 以充分混合，密封，放置至少 2 h 后使用。临用现制。

5.18 硅胶： $75\text{ }\mu\text{m}\sim 180\text{ }\mu\text{m}$ （200 目～80 目）。

取一定量的硅胶置于烧杯中，加入适量甲醇（5.5）使其液面高于硅胶层 1 cm～2 cm，玻璃棒搅拌 2 min

后弃去甲醇，重复该步骤两次。使用二氯甲烷（5.2）继续清洗两次，弃去二氯甲烷。硅胶在蒸发皿中摊开，厚度小于 10 mm。待二氯甲烷挥发完全后，将硅胶置于 130℃ 下干燥 16 h，再在干燥器中冷却 30 min，装入试剂瓶中密封，置于干燥器中保存。

5.19 酸性硅胶：取 56 g 硅胶（5.18），加入 44 g 硫酸（5.8），充分振荡至粉末状，装入试剂瓶密封，保存于干燥器中。

5.20 玻璃层析柱：内径 20 mm，长 10 cm~20 cm，具聚四氟乙烯（PTFE）活塞。

5.21 硅酸镁层析柱：在玻璃层析柱（5.20）底部填入玻璃棉（5.16），加入 10 g~20 g 活化后的硅酸镁（5.17），轻敲柱子以填实硅酸镁填料，并加入约 5 mm 的无水硫酸钠（5.12）至柱顶部，临用制备。

5.22 酸性硅胶柱：在玻璃层析柱（5.20）底部填入玻璃棉（5.16），依次填装 1 g 无水硫酸钠（5.12）、20 g 酸性硅胶（5.19）、1 g 无水硫酸钠（5.12），轻敲柱子以填实填料，临用制备。

5.23 固相萃取柱：市售，1 000 mg/6 mL，填料为硅酸镁，使用前用乙醚-正己烷混合溶液（5.13）淋洗。

5.24 铝箔。

使用前用二氯甲烷（5.2）洗涤 2 次。

5.25 载气：氮气，纯度≥99.999%。

5.26 燃气：氢气，纯度≥99.999%。

5.27 助燃气：空气，经硅胶除湿和脱烃管除烃的空气，或经分子筛（有效孔径约 0.5 nm）净化的无油压缩空气。

6 仪器和设备

6.1 采样瓶：1.5 L 以上具塞磨口棕色玻璃瓶，采样前采样瓶和瓶盖用二氯甲烷（5.2）或正己烷（5.3）预洗，干燥后使用。

6.2 气相色谱仪：具分流/不分流进样口、程序升温功能和氢火焰离子化检测器（FID）。

6.3 色谱柱：30 m（柱长）×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷，或使用其他等效毛细管柱。

注：可选用 30 m（柱长）×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 14%氰丙基苯基 86%甲基聚硅氧烷的色谱柱作为验证柱。

6.4 浓缩装置：平行浓缩仪、旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。

6.5 分液漏斗：2 000 mL，具聚四氟乙烯（PTFE）活塞，不能使用润滑剂。

6.6 固相萃取装置：管路为聚四氟乙烯（PTFE）材质。

6.7 容量瓶：5.0 mL，玻璃材质。

6.8 进样瓶：2 mL，玻璃材质，具聚四氟乙烯（PTFE）涂层隔垫。

6.9 微量注射器：5 μL、10 μL、50 μL、100 μL，玻璃材质。

6.10 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定采集与运输水样。

用盐酸溶液（5.7）或氢氧化钠溶液（5.10）将水样 pH 值调节至 5~7，样品充满采样瓶（6.1）密封后用铝箔（5.24）封口，于 4℃ 以下冷藏、避光保存，5 d 内完成萃取。萃取液若不能及时分析，应于 4℃ 以下冷藏、避光、密封保存，14 d 内完成分析。

采集样品时应同时采集全程序空白样品。实验用水(5.1)带至采样现场。采样时,将实验用水(5.1)转移并充满采样瓶(6.1),作为全程序空白样品,随样品一起保存并运输至实验室。

7.2 试样的制备

7.2.1 萃取

量取 1 000 mL 水样于分液漏斗(6.5)中,加入 30 g 氯化钠(5.11),振摇使其溶解。加入 60 mL 二氯甲烷(5.2),充分振摇 10 min,注意放气,待两相分层后,收集有机相于锥形瓶中。再重复上述操作 1 次,收集并合并有机相。向锥形瓶中加入适量无水硫酸钠(5.12)至呈流沙状,将有机相转移至浓缩瓶中,用少量二氯甲烷(5.2)多次淋洗无水硫酸钠,一并收集于浓缩瓶中,在浓缩瓶中加入 3 mL 正己烷(5.3),待浓缩。

注:海水样品可不加氯化钠。

7.2.2 浓缩

将 7.2.1 萃取液转移到浓缩装置(6.4)中,浓缩至 3 mL 以下。若无需净化,用玻璃滴管将浓缩液移取至容量瓶(6.7)中,再用少量正己烷(5.3)冲洗浓缩装置 2~3 次,合并到容量瓶(6.7)中,用正己烷(5.3)定容至 5.0 mL,混匀,量取 1 mL 至进样瓶(6.8)中,待测。若萃取液颜色较深或有干扰时,须按 7.2.3 步骤进行净化。

7.2.3 净化

可采用 7.2.3.1 硅酸镁层析柱法或 7.2.3.2 固相萃取柱法进行净化。

7.2.3.1 硅酸镁层析柱法

用 40 mL~60 mL 正己烷(5.3)以约 2 mL/min 的流速预淋洗硅酸镁层析柱(5.21),弃去流出液,保持液面稍高于柱床,将待净化的浓缩液(7.2.2)全部转移至柱内,每次用 1 mL 正己烷(5.3)洗涤浓缩瓶,洗涤 2 次,将洗涤液转移至柱内,保持液面稍高于柱床。用 40 mL 正己烷(5.3)淋洗柱子,弃去流出液。用 100 mL 乙醚-正己烷混合溶液(5.13)洗脱柱子,收集洗脱液。

洗脱液用浓缩装置(6.4)浓缩至 3 mL 以下,用正己烷(5.3)定容至 5.0 mL,混匀,转移 1 mL 至进样瓶(6.8)中,待测。

不同批次或不同来源的硅酸镁填料的吸附能力可能不同。吸附能力用月桂酸值测定,使用前需确认每批硅酸镁的月桂酸值和用量,月桂酸值的测定及硅酸镁用量的计算见附录 B。

7.2.3.2 固相萃取柱法

将固相萃取柱(5.23)放置在固相萃取装置(6.6)上,加入 10 mL 正己烷(5.3),弃去流出液,保持液面稍高于柱床,浸润 5 min。将待净化的浓缩液(7.2.2)全部转移至柱内,每次用 1 mL 正己烷(5.3)洗涤浓缩瓶,洗涤 2 次,并将洗涤液转移至柱内,用 10 mL 正己烷(5.3)淋洗固相萃取柱,自然流出,弃去流出液,待柱上正己烷(5.3)近干,关闭活塞。用 10 mL 乙醚-正己烷混合溶液(5.13)洗脱固相萃取柱,收集洗脱液。

洗脱液用浓缩装置(6.4)浓缩至 3 mL 以下,用正己烷(5.3)定容至 5.0 mL,混匀,转移 1 mL 至进样瓶(6.8)中,待测。

7.3 空白试样的制备

用实验用水(5.1)代替样品,按照与试样的制备(7.2)相同步骤制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

进样口温度：280℃；不分流进样；进样 1.5 min 后隔垫吹扫，吹扫气流量 20.0 mL/min；载气：氮气，流量 2.0 mL/min（恒流模式）；

柱温：60℃，保持 1 min，以 30℃/min 速率升温至 160℃，保持 10 min，再以 10℃/min 速率升温至 300℃，保持 1 min；

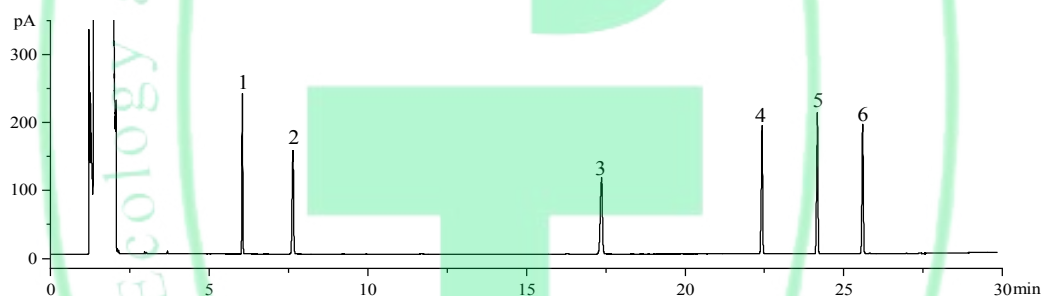
氢火焰离子化检测器（FID）温度：310℃；燃气：氢气，流量 30 mL/min；助燃气：空气，流量 400 mL/min；尾吹气：氮气，流量 30 mL/min；

进样量：1.0 μL。

8.2 标准曲线的建立

分别用微量注射器（6.9）取适量的标准使用液（5.15），用正己烷（5.3）稀释，配制质量浓度依次为 0.0 mg/L、0.2 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、30.0 mg/L、50.0 mg/L 的标准系列（此为参考浓度），按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次进样，以目标化合物浓度为横坐标，以峰面积（或峰高）为纵坐标，建立标准曲线。

在本标准仪器参考条件下，邻苯二甲酸酯类化合物的参考标准色谱图见图 1。



1——邻苯二甲酸二甲酯；2——邻苯二甲酸二乙酯；3——邻苯二甲酸二丁酯；4——邻苯二甲酸丁基苄基酯；
5——邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯；6——邻苯二甲酸二正辛酯。

图 1 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的参考标准色谱图（ $\rho=50.0 \text{ mg/L}$ ）

8.3 试样的测定

按照与标准曲线的建立（8.2）相同的条件测定样品（7.2）。若测定结果超出标准曲线线性范围时，可将浓缩定容后的试样用正己烷（5.3）稀释后测定，同时记录稀释倍数 D。

8.4 空白试验

按照与试样的测定（8.3）相同的条件测定空白试样（7.3）。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间定性。

当样品基质复杂时,可采用另一根不同极性的色谱柱进行辅助定性确认(具体操作参见附录 C)或选择气相色谱-质谱定性确认。

9.2 结果计算

样品中目标化合物的质量浓度,按照公式(1)计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{s,i} \times V_1 \times 10^3}{V} \times D \quad (1)$$

式中: ρ_i ——样品中目标化合物 i 的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

$\rho_{s,i}$ ——由标准曲线计算得到试样中目标化合物 i 的质量浓度, mg/L ;

V_1 ——试样的定容体积, mL ;

10^3 ——质量浓度单位的换算系数;

V ——取样体积, mL ;

D ——稀释倍数。

9.3 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字,小数点后位数与方法检出限一致。

10 准确度

10.1 精密度

6 家实验室分别对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度为 $2.0 \mu\text{g/L}$ 、 $125 \mu\text{g/L}$ 和 $225 \mu\text{g/L}$ 的统一空白加标样品进行了 6 次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为 $1.3\% \sim 7.2\%$ 、 $0.74\% \sim 7.6\%$ 和 $0.80\% \sim 6.5\%$;实验室间相对标准偏差分别为 $5.8\% \sim 10\%$ 、 $6.3\% \sim 11\%$ 和 $6.6\% \sim 11\%$;重复性限分别为 $0.2 \mu\text{g/L}$ 、 $8.3 \mu\text{g/L} \sim 16 \mu\text{g/L}$ 、 $15 \mu\text{g/L} \sim 22 \mu\text{g/L}$;再现性限分别为 $0.3 \mu\text{g/L} \sim 0.6 \mu\text{g/L}$ 、 $23 \mu\text{g/L} \sim 40 \mu\text{g/L}$ 、 $42 \mu\text{g/L} \sim 76 \mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室分别对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度为 $2.0 \mu\text{g/L}$ 的地表水、地下水、海水加标样品进行 6 次重复测定:地表水加标样品实验室内相对标准偏差为 $2.2\% \sim 13\%$;地下水加标样品实验室内相对标准偏差为 $2.3\% \sim 13\%$;海水加标样品实验室内相对标准偏差为 $1.9\% \sim 12\%$ 。

6 家实验室分别对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度为 $100 \mu\text{g/L}$ 的生活污水加标样品进行 6 次重复测定:实验室内相对标准偏差为 $1.5\% \sim 10\%$ 。

6 家实验室分别对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度分别为 $60.0 \mu\text{g/L}$ 和 $200 \mu\text{g/L}$ 的工业废水加标样品进行 6 次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为 $2.0\% \sim 10\%$ 和 $1.0\% \sim 9.6\%$ 。

精密度结果统计详见附录 D 中表 D.1 和表 D.2。

10.2 正确度

6 家实验室对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度分别为 $2.0 \mu\text{g/L}$ 、 $125 \mu\text{g/L}$ 和 $225 \mu\text{g/L}$ 的统一空白加标样品进行了 6 次重复测定:加标回收率范围分别为 $77.3\% \sim 114\%$ 、 $82.6\% \sim 119\%$ 和 $85.0\% \sim 120\%$;加标回收率最终值分别为: $90.0\% \pm 11.5\% \sim 102\% \pm 13.8\%$ 、 $92.7\% \pm 13.6\% \sim 102\% \pm 18.2\%$ 、 $94.4\% \pm 11.4\% \sim 104\% \pm 23.1\%$ 。

6 家实验室对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度为 $2.0 \mu\text{g/L}$ 的地表水、地下水、海水加标样品进行 6 次重复测定:地表水加标样品实验室内加标回收率范围为 $80.4\% \sim 125\%$;地下水加标样品实验室

内加标回收率范围为 79.9%~106%；海水加标样品实验室内加标回收率范围为 81.2%~127%。

6 家实验室对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水加标样品进行 6 次重复测定：实验室内加标回收率范围为 91.2%~106%。

6 家实验室对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物加标浓度分别为 60.0 $\mu\text{g/L}$ 和 200 $\mu\text{g/L}$ 的工业废水加标样进行 6 次重复测定：实验室内加标回收率范围分别为 77.5%~112%和 84.5%~102%。

正确度结果统计详见附录 D 中表 D.3 和表 D.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应至少测定 1 个实验室空白和全程序空白样品，测定结果中目标化合物浓度应低于方法检出限。

11.2 校准

每批样品绘制标准曲线，线性相关系数应 ≥ 0.995 ，否则应查找原因，重新绘制标准曲线。

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定 1 个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与标准曲线相应点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则应查找原因，并重新建立标准曲线。

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应至少测定 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 25\%$ 以内。

11.4 样品加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应至少测定 1 个基体加标样品，加标回收率应该在 70%~140%。

12 注意事项

12.1 样品采集和保存、样品分析过程中均应注意全程避免接触或使用塑料制品。

12.2 玻璃器皿使用前用重铬酸钾洗液浸泡不少于 6 h，用水清洗、干燥后密封保存。使用前，用二氯甲烷或正己烷润洗后立即使用。

12.3 实验过程中器皿、试剂和萃取液尽量避免暴露在环境中，敞口器皿应使用铝箔封口。

附 录 A

(规范性附录)

方法的检出限和测定下限

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文简称	CAS No.	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	131-11-3	0.3	1.2
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	84-66-2	0.3	1.2
3	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	0.3	1.2
4	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	85-68-7	0.3	1.2
5	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	DEHP	117-81-7	0.4	1.6
6	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	117-84-0	0.4	1.6

附录 B

(资料性附录)

硅酸镁层析柱月桂酸值的测定和填料用量的确定

B.1 月桂酸值的测定

B.1.1 硅酸镁填料的脱活

称取 $100\text{ g} \pm 10\text{ g}$ 的硅酸镁填料置于 500 mL 烧杯中，于 140°C 下加热 16 h 后趁热转移至 500 mL 磨口试剂瓶中，密封并冷却至室温。冷却后加入 3 mL 纯水，摇荡或转动 10 min 以充分混合，放置至少 2 h，密封保存。

B.1.2 月桂酸值的测定

准确称取 2 g (精确到 0.01 g) 脱活后的硅酸镁填料于 125 mL 具塞玻璃锥形瓶中，向瓶中加入 20.0 mL 月桂酸溶液，加盖，间歇振荡 15 min。静置、澄清，取 10.0 mL 上清液于 125 mL 锥形瓶中。向锥形瓶中加入 60 mL 的乙醇和 3 滴酚酞指示剂，用 0.05 mol/L 的氢氧化钠溶液滴定至终点 (溶液静置 1 min 不变色)。月桂酸值按照公式 (B.1) 计算：

$$AV = 200 - C \times V_i \quad (\text{B.1})$$

式中：AV ——月桂酸值，mg/g；

C ——氢氧化钠溶液强度，mg/mL；

V_i ——滴定每克填料所需的氢氧化钠体积，mL/g；

200 ——每克填料对应空白滴定所消耗的质量，mg/g。

其中，氢氧化钠溶液强度：称取 100 mg~200 mg 月桂酸至 100 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 乙醇和 3 滴酚酞指示剂，用 0.05 mol/L 的氢氧化钠溶液滴定，以每 mL 氢氧化钠溶液能中和的月桂酸的质量来表示 (单位：mg/mL)。

B.2 硅酸镁填料用量的确定

不同批次或不同来源的硅酸镁填料，其吸附能力可能不同。吸附能力用月桂酸值评价。按照公式 (B.2) 确定使用批次硅酸镁填料的用量。

$$m = \frac{110}{AV} \times 20 \quad (\text{B.2})$$

式中：m ——硅酸镁填料用量，g；

AV ——月桂酸值，mg/g；

110 ——标准月桂酸值，mg/g；

20 ——标准硅酸镁用量，g。

附 录 C
(资料性附录)
辅助定性色谱参考条件

C.1 色谱柱（验证柱）

毛细管色谱柱：30 m（柱长）×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 14% 氰丙基苯基 86% 甲基聚硅氧烷。

C.2 验证色谱参考条件

柱温：60℃，保持 1 min，以 30℃/min 速率升温至 160℃，保持 10 min，再以 10℃/min 速率升温至 280℃，保持 3 min。

氢火焰离子化检测器（FID）：温度 300℃。

进样口：不分流进样，温度 280℃，进样 1.5 min 后隔垫吹扫，吹扫气流量 20.0 mL/min；进样体积：1.0 μL。

气体流量：载气：氮气，2 mL/min（恒流模式）；燃气：氢气，30 mL/min；助燃气：空气，400 mL/min；尾吹气：氮气，30 mL/min。

C.3 参考标准色谱图

在本标准仪器参考条件下，邻苯二甲酸酯类化合物在验证色谱柱上得到的参考标准色谱图见图 C.1。

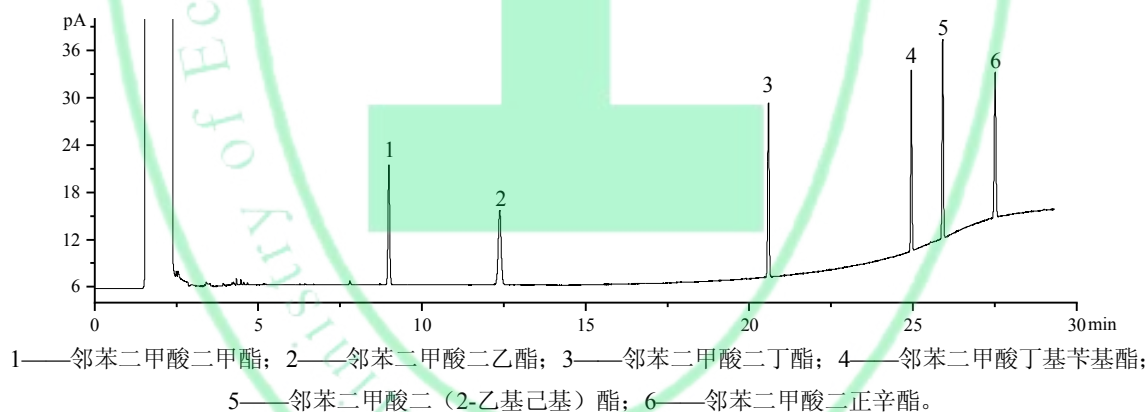


图 C.1 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的参考标准色谱图（验证柱）（ $\rho=4.0 \text{ mg/L}$ ）

附 录 D
(资料性附录)
方法的准确度

表 D.1 和 D.2 为方法精密度汇总表；表 D.3 和 D.4 为方法正确度汇总表。

表 D.1 空白水样加标测定精密度汇总表

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准 偏差 (%)	实验室间相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
邻苯二甲酸二甲酯	2.0	1.9	1.7~5.7	6.7	0.2	0.4
	125	121	1.5~6.1	8.9	11	33
	225	224	1.0~3.4	9.4	15	63
邻苯二甲酸二乙酯	2.0	2.0	2.1~5.0	5.8	0.2	0.3
	125	127	1.4~5.1	8.7	10	33
	225	233	0.89~3.4	8.7	15	60
邻苯二甲酸二丁酯	2.0	2.0	1.6~5.1	10	0.2	0.6
	125	124	0.74~4.1	6.3	9.3	23
	225	226	0.83~3.7	7.0	16	47
邻苯二甲酸丁基苄基酯	2.0	1.9	2.5~6.8	10	0.2	0.6
	125	126	1.0~7.6	9.8	16	37
	225	233	0.80~5.4	11	21	76
邻苯二甲酸二 (2-乙基己基) 酯	2.0	2.3	1.6~7.2	7.5	0.2	0.4
	125	116	1.1~3.5	7.1	8.3	25
	225	213	1.8~6.5	6.6	22	42
邻苯二甲酸二正辛酯	2.0	2.0	1.3~4.6	9.1	0.2	0.5
	125	120	1.0~3.5	11	8.8	40
	225	224	1.8~3.7	9.8	18	66

表 D.2 实际水样加标测定精密度汇总表

化合物名称	水样类型	原样浓度 (μg/L)	加标浓度 (μg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)
邻苯二甲酸二甲酯	地表水	ND	2.0	3.2~7.8
	地下水	ND	2.0	2.3~10
	海水	ND	2.0	3.4~10
	生活污水	ND	100	1.5~8.7
	工业废水	ND	60.0	2.0~9.8
		ND	200	1.9~9.6
邻苯二甲酸二乙酯	地表水	ND	2.0	2.7~6.0
	地下水	ND~0.5	2.0	2.7~9.5
	海水	ND~1.1	2.0	1.9~7.4
	生活污水	ND	100	1.5~9.1
	工业废水	ND	60.0	2.5~9.8
		ND	200	1.3~9.5
邻苯二甲酸二丁酯	地表水	ND~0.4	2.0	2.2~11
	地下水	ND	2.0	2.8~11
	海水	ND~1.1	2.0	4.1~9.8
	生活污水	ND	100	1.8~9.5
	工业废水	ND	60.0	2.6~10
		ND	200	1.1~9.5
邻苯二甲酸丁基苄基酯	地表水	ND	2.0	3.1~11
	地下水	ND	2.0	4.3~9.0
	海水	ND	2.0	3.1~12
	生活污水	ND	100	1.6~9.8
	工业废水	ND	60.0	2.6~9.9
		ND	200	1.2~9.5
邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯	地表水	ND~0.6	2.0	2.9~13
	地下水	ND	2.0	3.1~12
	海水	ND~0.9	2.0	3.4~9.0
	生活污水	ND	100	1.7~9.9
	工业废水	50.0~63.2	60.0	2.9~10
		ND	200	1.2~9.5
邻苯二甲酸二正辛酯	地表水	ND	2.0	2.7~12
	地下水	ND	2.0	3.2~13
	海水	ND~0.4	2.0	4.7~11
	生活污水	ND	100	1.6~10
	工业废水	ND	60.0	2.1~10
		ND	200	1.0~9.6
注：ND 表示未检出。				

表 D.3 空白水样加标测定正确度汇总表

化合物名称	加标浓度 (μg/L)	平均值 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
邻苯二甲酸二甲酯	2.0	1.8	84.4~98.6	90.0±11.5
	125	121	85.0~111	97.0±17.5
	225	224	86.6~115	99.6±19.6
邻苯二甲酸二乙酯	2.0	1.9	88.1~101	94.6±10.1
	125	127	93.2~119	102±18.2
	225	233	91.8~120	104±18.7
邻苯二甲酸二丁酯	2.0	2.0	85.6~114	98.5±20.4
	125	124	92.5~110	99.5±12.3
	225	226	88.8~111	100±14.3
邻苯二甲酸丁基苄基酯	2.0	1.9	77.3~102	92.9±18.4
	125	126	91.1~113	101±19.3
	225	233	86.5~119	104±23.1
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	2.0	2.0	88.9~107	102±13.8
	125	116	82.6~103	92.7±13.6
	225	213	85.8~100	94.4±11.4
邻苯二甲酸二正辛酯	2.0	1.9	84.5~105	96.0±17.4
	125	120	85.2~115	96.0±22.5
	225	224	85.0~114	99.4±20.2

表 D.4 实际水样加标测定正确度汇总表

化合物名称	水样类型	原样浓度 (μg/L)	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)
邻苯二甲酸二甲酯	地表水	ND	2.0	81.1~99.2
	地下水	ND	2.0	81.5~97.7
	海水	ND	2.0	84.3~109
	生活污水	ND	100	94.3~100
	工业废水	ND	60.0	83.3~97.2
		ND	200	86.6~96.9
邻苯二甲酸二乙酯	地表水	ND	2.0	86.8~114
	地下水	ND~0.5	2.0	84.8~104
	海水	ND~1.1	2.0	84.4~125
	生活污水	ND	100	91.2~105
	工业废水	ND	60.0	89.9~98.6
		ND	200	84.5~102
邻苯二甲酸二丁酯	地表水	ND~0.4	2.0	80.4~107
	地下水	ND	2.0	84.9~106
	海水	ND~1.1	2.0	97.5~118
	生活污水	ND	100	93.4~105
	工业废水	ND	60.0	89.2~102
		ND	200	85.6~101
邻苯二甲酸丁基苄基酯	地表水	ND	2.0	82.1~94.8
	地下水	ND	2.0	79.9~91.9
	海水	ND	2.0	87.5~114
	生活污水	ND	100	93.5~106
	工业废水	ND	60.0	90.0~104
		ND	200	88.1~101
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	地表水	ND~0.6	2.0	80.7~125
	地下水	ND	2.0	85.6~103
	海水	ND~0.9	2.0	81.2~127
	生活污水	ND	100	94.3~105
	工业废水	50.0~63.2	60.0	77.5~112
		ND	200	88.6~101
邻苯二甲酸二正辛酯	地表水	ND	2.0	90.8~105
	地下水	ND	2.0	87.1~96.8
	海水	ND~0.4	2.0	83.7~121
	生活污水	ND	100	93.8~105
	工业废水	ND	60.0	84.2~110
		ND	200	88.6~101

注：ND 表示未检出。