

DB 23

黑龙江省地方标准

DB23/T 3801—2024

环境中新污染物检测样品前处理规范

地方标准信息服务平台

2024-08-30 发布

2024-09-29 实施

黑龙江省市场监督管理局 发布

目 录

| | |
|--|----|
| 前 言 | II |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 提取 | 2 |
| 4 净化 | 3 |
| 5 浓缩 | 4 |
| 6 注意事项 | 4 |
| 附录 A（资料性附录）二氯甲烷等 50 种新污染物的来源、前处理方式及推荐的分析方法 | 5 |

地方标准信息服务平台

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。

本文件由黑龙江省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心、齐齐哈尔市环境监测站、东北农业大学、黑龙江省生态环境监测中心、黑龙江省市场主体信息监测中心。

本文件主要起草人：王伟华、初丽丽、谢文熙、王晓燕、刘占凤、刘宪明、张颖、马倩、石野、刘禹麟、陈莹、赵雨峰、宋扬、赵硕、吴云莹、谭静雯、史博印、吕立鑫、苗然。

地方标准信息服务平台

环境中新污染物检测样品前处理规范

1 范围

本文件规定了二氯甲烷等50种新污染物检测样品前处理过程中的提取、净化、浓缩和注意事项等技术内容。

本文件适用于二氯甲烷、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,2-二氯丙烷、1-溴丙烷、1,1,2,2-四氯乙烷、三氯乙烯、四氯乙烯、1,1-二氯乙烯、1,3-丁二烯、双酚A、壬基酚、4-壬基酚、4-叔辛基苯酚、苯、甲苯、2,4-二硝基甲苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯、邻苯二甲酸二正辛酯、邻苯二甲酸二异癸酯、邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸苄丁酯、邻苯二甲酸二异丁酯、氯丹、灭蚁灵、五氯苯、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、萘、蒽、苯并[a]蒽、苯并[a]菲、苯并[a]芘、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、二苯并[a,h]蒽、全氟辛酸及其盐类、全氟辛基磺酸及其盐类、多氯联苯、五溴二苯醚、十溴二苯醚等50种新污染物监测的前处理过程。

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。

- HJ 478 水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法
- HJ 605 土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法
- HJ 639 水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱法-质谱法
- HJ 643 固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法
- HJ 646 环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 647 环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法
- HJ 699 水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 715 水质 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 716 水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 743 土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法
- HJ 784 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法
- HJ 805 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 834 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 835 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 892 固体废物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法
- HJ 900 环境空气 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 901 环境空气 有机氯农药的测定 气相色谱法
- HJ 902 环境空气 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 909 水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法

- HJ 911 土壤和沉积物 有机物的提取 超声波萃取法
- HJ 912 固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 921 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法
- HJ 922 土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法
- HJ 950 固体废物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 952 土壤和沉积物 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 1184 土壤和沉积物 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
- HJ 1192 水质 9种烷基酚类化合物和双酚A的测定 固相萃取/高效液相色谱法
- HJ 1333 水质 全氟辛基磺酸和全氟辛酸及其盐类的测定 同位素稀释/液相色谱-三重四极杆质谱法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 提取

4.1 吹扫捕集和顶空

- 4.1.1 适用于二氯甲烷、三氯甲烷、1,2,4-三氯苯、1,3-丁二烯、萘、三氯乙烯、四氯乙烯、1,1-二氯乙烯、1,2-二氯丙烷、苯、甲苯、1,2-二氯乙烷、1,4-二氯苯、1-溴丙烷、1,1,2,2-四氯乙烷的前处理。
- 4.1.2 水和废水推荐按照 HJ 639 的规定执行；土壤和沉积物推荐按照 HJ 605 的规定执行；固体废物推荐按照 HJ 643 的规定执行。
- 4.1.3 分析仪器、实验器皿、曲线配置应单独设立区域。
- 4.1.4 实验用水煮沸冷却后使用，使用前应做空白检查。

4.2 液液萃取

- 4.2.1 适用于水和废水中氯丹、灭蚁灵、五氯苯、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、苯并[a]蒽、苯并[a]菲、苯并[a]芘、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、蒽、二苯并[a,h]蒽、多氯联苯、五溴二苯醚、十溴二苯醚、2,4-二硝基甲苯的前处理。
- 4.2.2 按照 HJ 478、HJ 699、HJ 715、HJ 716、HJ 909 的规定执行。
- 4.2.3 出现高度乳化时，宜用离心法破乳，转速 2000r/min，离心 2 min~5min。
- 4.2.4 出现中度乳化时，宜加入电解质破乳。可加入氯化钠于水相中使其饱和，若仍不分层，可加入 1 mol/L 的盐酸溶液 5 ml；也可加入数滴无水乙醇破乳。
- 4.2.5 出现轻度乳化时，可使用玻璃棒搅动乳化层，也可采用细金属丝与容器壁摩擦方式破乳。
- 4.2.6 静置分层时间大于 10 min。

4.3 固相萃取

- 4.3.1 适用于水和废水中双酚 A、壬基酚、4-壬基酚、4-叔辛基苯酚、氯丹、灭蚁灵、五氯苯、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、苯并[a]蒽、苯并[a]菲、苯并[a]芘、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、蒽、二苯并[a,h]蒽、全氟辛酸及其盐类、全氟辛基磺酸及其盐类、多氯联苯的前处理。
- 4.3.2 按照 HJ 478、HJ 699、HJ 715、HJ 1192、HJ 1333 的规定执行。

4.3.3 固相萃取不适用悬浮固体含量大于 1% 的样品。如存在的悬浮固体不吸附目标物，可采用玻璃纤维滤膜过滤后再进行固相萃取。

4.3.4 吹干固相萃取柱不应使用真空抽干的方式。

4.3.5 用氨水甲醇溶液或甲酸甲醇溶液洗脱样品时，保持溶剂瓶的密闭性。

4.4 索氏提取和加压流体提取

4.4.1 适用于空气和废气、土壤和沉积物、固体废物中氯丹、灭蚁灵、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、五溴二苯醚、十溴二苯醚、多氯联苯、2,4-二硝基甲苯等的前处理。

4.4.2 按照 HJ 646、HJ 647、HJ 743、HJ 783、HJ 784、HJ 805、HJ 835、HJ 892、HJ 900、HJ 901、HJ 902、HJ 912、HJ 921、HJ 950、HJ 952 的规定执行。

4.4.3 丙酮用作提取溶剂时，除水宜在浓缩后进行；或向提取溶剂中加入其一半体积的硫酸钠溶液（20 g/L）萃取，振荡 10 余次，弃去水层后再用无水硫酸钠除水。

4.4.4 索氏提取时，装样品的滤纸筒一定要紧密；滤纸筒的高度不能超过回流弯管；冷凝管上端宜连接氯化钙干燥管；调整溶剂的回流时间，保持平行性。

4.4.5 加压流体提取时，加入硅藻土后应研磨样品，使样品颗粒粒径在 0.5 mm 之内。

4.5 微波提取

4.5.1 适用于土壤和沉积物中氯丹、灭蚁灵、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、多氯联苯等的前处理。

4.5.2 按照 HJ 743、HJ 921 的规定执行。

4.5.3 样品需充分研磨并混合均匀，应能通过 1 mm 的筛子。

4.5.4 应使用空白加标或基体加标方式选择适当的微波功率。

4.5.5 微波萃取仪的温度传感器应能精确到 ± 2 °C。

4.6 超声波萃取

4.6.1 适用于土壤和沉积物中氯丹、灭蚁灵、六氯苯、滴滴涕、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、林丹、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯、苯并[a]蒽、苯并[a]菲、苯并[a]芘、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、蒽、二苯并[a,h]蒽、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二正辛酯、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯的前处理

4.6.2 按照 HJ 911 的规定执行。

4.6.3 应使用空白加标或基体加标方式选择适当的超声输出功率。

4.7 水平振荡

4.7.1 适用于土壤中邻苯二甲酸二正辛酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸苯丁酯、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯、邻苯二甲酸二异癸酯和邻苯二甲酸二异壬酯的前处理。

4.7.2 按照 HJ 1184 的规定执行。

4.7.3 使用的玻璃器皿分析前宜用有机溶剂荡洗 2 次。

5 净化

5.1 凝胶色谱净化时，应防止气体进入色谱柱；流动相使用前应超声脱气；可用凝胶色谱去除硫的干扰。

- 5.2 固相萃取柱净化时，应用空白加标方式确定其质量，并严格控制溶剂体积；避免柱体坠落或受到过大的压力。
- 5.3 柱层析净化时，应严格控制液面高度，防止溶剂走干。
- 5.4 浓硫酸净化时，应确定目标物质不被氧化。

6 浓缩

- 6.1 浓缩时推荐使用真空平行浓缩或先旋转蒸发后氮吹的方式。
- 6.2 真空平行浓缩时，注意保持样品液面高度的一致性。
- 6.3 严格控制水浴温度及浓缩后样品体积，严禁蒸干。

7 注意事项

- 7.1 实验室应配备足量的吸附剂，及时吸附操作过程中洒落的有机溶剂及目标物，并用密封袋封存。
- 7.2 操作应在通风装置中进行。
- 7.3 应在较暗的条件下进行苯并[a]蒽等多环芳烃类物质的前处理。
- 7.4 含十二烷基硫酸钠的洗涤剂会使玻璃器皿表面呈碱性，艾氏剂等有机氯农药在碱性条件下能降解，洗涤器皿时应注意。

地方标准信息服务平台

附录 A
(资料性附录)

二氯甲烷等50种新污染物的来源、前处理方式及推荐的分析方法

本文件规定的二氯甲烷等50种新污染物的来源、前处理方式及推荐的分析方法见表A.1。

表 A.1 二氯甲烷等50种新污染物的来源、前处理方式及推荐的分析方法汇总表

| 序号 | 名称 | 来源 | 前处理方法 | 推荐的分析方法 |
|----|--------------|----|---------|---------------|
| 1 | 二氯甲烷 | ① | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 2 | 三氯甲烷 | ① | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 3 | 1,2,4-三氯苯 | ② | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法 |
| 4 | 1,3-丁二烯 | ② | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法 |
| 5 | 萘 | ② | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法 |
| 6 | 三氯乙烯 | ② | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 7 | 四氯乙烯 | ② | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 8 | 1,1-二氯乙烯 | ③ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 9 | 1,2-二氯丙烷 | ③ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 10 | 苯 | ③ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法 |
| 11 | 甲苯 | ③ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法 |
| 12 | 1,2-二氯乙烷 | ④ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 13 | 1,4-二氯苯 | ④ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 14 | 1-溴丙烷 | ④ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 15 | 1,1,2,2-四氯乙烷 | ④ | 吹扫捕集、顶空 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |

| 序号 | 名称 | 来源 | 前处理方法 | 推荐的分析方法 |
|----|-----------------|----|----------------------------------|-----------------|
| 16 | 双酚 A | ④ | 固相萃取 | 高效液相色谱法 |
| 17 | 壬基酚 | ① | 固相萃取 | 高效液相色谱法 |
| 18 | 4-壬基酚 | ① | 固相萃取 | 高效液相色谱法 |
| 19 | 4-叔辛基苯酚 | ④ | 固相萃取 | 高效液相色谱法 |
| 20 | 2,4-二硝基甲苯 | ③ | 液液萃取、索氏提取、加压流体萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 21 | 五氯苯 | ③ | 液液萃取、固相萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 22 | 邻苯二甲酸二正辛酯 | ④ | 水平振荡、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 23 | 邻苯二甲酸二异癸酯 | ④ | 水平振荡 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 24 | 邻苯二甲酸二异壬酯 | ④ | 水平振荡 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 25 | 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 | ④ | 水平振荡、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 26 | 邻苯二甲酸二丁酯 | ④ | 水平振荡、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 27 | 邻苯二甲酸苄丁酯 | ④ | 水平振荡 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 28 | 邻苯二甲酸二异丁酯 | ④ | 水平振荡 | 气相色谱质谱法、液相色谱质谱法 |
| 29 | 氯丹 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 30 | 灭蚁灵 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 31 | 六氯苯 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 32 | 滴滴涕 | ⑤ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 33 | α -六氯环己烷 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 34 | β -六氯环己烷 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 35 | 林丹 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 36 | α -硫丹 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |

| 序号 | 名称 | 来源 | 前处理方法 | 推荐的分析方法 |
|----|-------------|----|----------------------------------|---------------|
| 37 | β -硫丹 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 38 | 硫丹硫酸酯 | ⑤ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法、气相色谱法 |
| 39 | 苯并[a]蒽 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 40 | 苯并[a]菲 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 41 | 苯并[a]芘 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 42 | 苯并[b]荧蒽 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 43 | 苯并[k]荧蒽 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 44 | 蒽 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 45 | 二苯并[a,h]蒽 | ③ | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、超声波萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 46 | 全氟辛酸及其盐类 | ① | 固相萃取 | 液相色谱质谱法 |
| 47 | 全氟辛基磺酸及其盐类 | ① | 固相萃取 | 液相色谱质谱法 |
| 48 | 多氯联苯 | ① | 液液萃取、固相萃取、索氏提取、加压流体萃取、微波提取 | 气相色谱质谱法 |
| 49 | 五溴二苯醚 | ⑤ | 液液萃取、索氏提取、加压流体萃取 | 气相色谱质谱法 |
| 50 | 十溴二苯醚 | ① | 液液萃取、索氏提取、加压流体萃取 | 气相色谱质谱法 |

注：①：《重点管控新污染物清单（2023年版）》（生态环境部部令第28号）；②：《优先控制化学品名录（第一批）》（生态环境部公告2017年第83号）；③：《优先控制化学品名录（第二批）》（生态环境部公告2020年第47号）；④：《第一批化学物质环境风险优先评估计划》（环办固体〔2022〕32号）；⑤：POPs公约。