



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 783-2016

土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

Soil and sediment—Extraction of organic compounds—
Pressurized fluid extraction (PFE)

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2016-02-01发布

2016-03-01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 试样的萃取.....	3
8 注意事项.....	4
9 废物处置.....	4
附录 A（资料性附录）加压流体萃取法提取化合物参考名单.....	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。

本标准规定了土壤和沉积物中有机物的加压流体萃取法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 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：河南省环境监测中心。

本标准环境保护部 2016 年 2 月 1 日批准。

本标准自 2016 年 3 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 加压流体萃取法

警告：实验中所使用的有机溶剂及标准物质均含有毒化合物，使用过程应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，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加压流体萃取法。

本标准适用于土壤和沉积物中有机磷农药、有机氯农药、氯代除草剂、多环芳烃、邻苯二甲酸酯、多氯联苯等半挥发性有机物和不挥发性有机物的提取，详见附录 A。若通过验证，本标准也可适用于土壤和沉积物中其他有机物的提取。

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。

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

将处理后的土壤或沉积物样品加入密闭容器中，选择合适的有机溶剂，在加压、加热条件下，处于液态的有机溶剂与土壤或沉积物样品充分接触，将土壤或沉积物中的有机物提取到有机溶剂中。

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优级纯试剂。实验用水为新制备的不含有有机物的超纯水或蒸馏水。

4.1 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：农残级。

4.2 正己烷（ C_6H_{14} ）：农残级。

4.3 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）：农残级。

4.4 丙酮-二氯甲烷混合溶液：1+1。

用丙酮（4.3）和二氯甲烷（4.1）按 1:1 的体积比混合。

4.5 丙酮-正己烷混合溶液：1+1。

用丙酮（4.3）和正己烷（4.2）按 1:1 的体积比混合

4.6 磷酸： $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4)=1.69\text{ g/ml}$ ，优级纯。

4.7 磷酸溶液：1+1。

用磷酸（4.6）和实验用水按 1:1 的体积比混合。

4.8 丙酮-二氯甲烷-磷酸溶液的混合溶液：250+125+15

用丙酮（4.3）、二氯甲烷（4.1）和磷酸溶液（4.7）按 250:125:15 的体积比混合。

4.9 干燥剂：粒状硅藻土或其他等效干燥剂，20 目~100 目。

使用前应对干燥剂进行净化处理，具体方法：于 400 °C 烘 4 h，或用有机溶剂（4.1 或 4.2 或 4.3）浸洗，去除干扰物。

4.10 石英砂：20 目~30 目。

使用前须进行净化处理，具体方法同干燥剂的净化处理（4.9）。

4.11 氮气：纯度≥99.999 %。

5 仪器和设备

5.1 加压流体萃取装置：加热温度范围为 100°C~180°C；压力可达 2000 psi（约合 13.8 MPa）。配备 40 ml、60 ml 或其他规格的玻璃接收瓶（螺纹瓶盖，涂有硅树脂的 PTFE 密封垫）；金属材质专用漏斗；专用的玻璃纤维滤膜等。

5.2 萃取池：11 ml、22 ml、34 ml、66 ml 或其它规格。不锈钢材质，或可耐 2000 psi（约合 13.8 MPa）压力的其它材料，萃取池内部经过特殊抛光处理；上、下端分别配有螺旋纹密封盖和不锈钢砂芯。

5.3 土壤筛：孔径 1 mm，金属网。

5.4 研钵：玛瑙、玻璃或陶瓷等材质制成。

5.5 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 采集与保存

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。

将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。运输过程中应避光、冷藏保存，尽快运回实验室进行分析，途中避免干扰引入或样品被破坏。如不能及时分析，应于 4°C 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时间为 10 天，不挥发性有机物为 14 天。

6.2 试样的制备

6.2.1 干燥脱水

将样品放在搪瓷盘或不锈钢盘上，混匀，除去枝棒、叶片、石子、玻璃、废金属等异物，按照 HJ/T 166 进行四分法粗分。样品的干燥可依据目标物的性质选择以下不同的方式。

方法一：测定多氯联苯等不挥发性有机物和非极性有机物的样品，应在室温条件下避光、风干。

方法二：需要测定新鲜样品时，使用冻干法进行干燥脱水。

方法三：需要测定新鲜样品时，也可采用干燥剂脱水方法。称取适量的新鲜样品，加入一定量的硅藻土（4.9）充分混匀、脱水，在研钵（5.4）中反复研磨成细小颗粒（约 1 mm），充分拌匀直至呈散粒状，全部转入萃取池（5.2）中进行萃取。

注 1：所有样品均不能使用烘箱干燥。

注 2：如果土壤或沉积物样品存在明显的水相，应先进行离心分离水相，再选择上述合适的方式进行干

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（5.3），均化处理成约 1 mm 的细小颗粒。

6.3 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 试样的萃取

7.1 萃取池选择

一般情况下，11 ml 的萃取池（5.2）可装 10 g 试样，22 ml 萃取池（5.2）可装 20 g 试样，34 ml 萃取池（5.2）可装 30 g 试样（萃取池的具体规格参见仪器说明书）。

注 3：试样称取量取决于后续使用的分析方法灵敏度、分析目的和样品污染程度，土壤或沉积物试样应控制在 10 g~30 g 范围内。

7.2 试样的装填

取洗净的萃取池（5.2）拧紧底盖，垂直放在水平台面上。将专用的玻璃纤维滤膜放置于其底部，顶部放置专用漏斗。用小烧杯称取适量试样（6.2），如需加入替代物或同位素内标，应一并加入试样中，轻微晃动小烧杯使其混入试样。按编号将试样依次通过专用漏斗小心转移至萃取池（5.2），移去漏斗，拧紧顶盖（应避免试样粘在萃取池螺纹上或洒落）。竖直平稳拿起萃取池（5.2），再次拧紧两端盖子，将其竖直平稳放入加压流体萃取装置（5.1）样品盘中。

在每个萃取池对应位置上放置干净的接收瓶，记录每个样品对应的萃取池（5.2）和接收瓶的编号。对应接收瓶体积，一般为萃取池体积的 0.5 倍至 1.4 倍，不同仪器会有所不同。

注 4：装入试样后的萃取池上端，应保证留有 0.5 cm~1.0 cm 高的空间；若萃取池上端空间大于 1.0 cm，应加入适量石英砂（4.10）。

7.3 溶剂的选择

根据目标物推荐使用以下溶剂或混合溶剂：

7.3.1 有机磷农药

二氯甲烷（4.1）；或丙酮-二氯甲烷混合溶液（4.4）。

7.3.2 有机氯农药

丙酮-二氯甲烷混合溶液（4.4）；或丙酮-正己烷混合溶液（4.5）。

7.3.3 氯代除草剂

丙酮-二氯甲烷-磷酸溶液的混合溶液（4.8）。

7.3.4 多环芳烃

丙酮-正己烷混合溶液（4.5）。

7.3.5 多氯联苯

正己烷（4.2）；或丙酮-二氯甲烷混合溶液（4.4）；或丙酮-正己烷混合溶液（4.5）。

7.3.6 其它半挥发性有机物

丙酮-二氯甲烷混合溶液（4.4）；或丙酮-正己烷混合溶液（4.5）。

7.4 萃取条件

载气压力：0.8 MPa；

加热温度：100 °C（有机磷农药也可选择 80 °C，多氯联苯可选择 120 °C）；

萃取池压力：1200 psi ~ 2000 psi（约合 8.3 MPa ~ 13.8 MPa）；

预加热平衡：5 min；

静态萃取时间：5 min；

溶剂淋洗体积：60%池体积；

氮气（4.11）吹扫时间：60 s（可根据萃取池体积适当增加吹扫时间，以便彻底淋洗样品）；

静态萃取次数：1 次~2 次。

上述参数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。

7.5 试样的自动萃取

条件设置后，启动程序，仪器自动完成萃取。

萃取结束后，依次取下接收瓶，按分析方法要求进行萃取液浓缩、净化等后续处理和分析。

7.6 空白试验

取相同质量的石英砂（4.10）替代试样，按照与试样的萃取（7.1~7.5）相同步骤进行操作。

8 注意事项

8.1 萃取过程应在通风条件下进行。

8.2 萃取过程中不可使用自燃点在 40°C~200°C 范围内的萃取溶剂（如二硫化碳、乙醚和 1,4-二氧杂环己烷等）。

8.3 有机溶剂在使用前应进行脱气处理。有机溶剂传感器的错误提示须进行故障排查，一般是由于溶剂泄漏引起，应仔细检查是否密封好萃取池，或密封垫是否失效。有时也会因照射在接收瓶附近的光线太强而报警。

8.4 当转移萃取池中的试样或清洗萃取池时，应避免萃取池内壁出现划痕影响萃取效果。

8.5 在萃取氯代除草剂时使用了丙酮-二氯甲烷-磷酸溶液的混合溶液（4.8），应用丙酮（4.3）将仪器的所用管线冲洗干净。

8.6 使用过的萃取池应进行彻底清洗，以免造成样品交叉污染和残留样品堵塞萃取池内不锈钢砂过滤垫。具体清洗方法：将萃取池全部拆开，用热水、有机溶剂（4.1 或 4.2 或 4.3）和实验用水分别在超声波清洗器中依次清洗。

8.7 所有玻璃器皿应用洗涤液、自来水依次清洗后，用铬酸洗液浸泡过夜，再用自来水、实验用水依次清洗，烘干，备用，以防有机物残留。

8.8 当溶剂、温度和压力等萃取条件改变时，应重新验证萃取回收率。

9 废物处置

实验中产生的有机废液等有害废物应分类存放，集中保管，送有资质的单位处理。

附录 A

(资料性附录)

加压流体萃取法提取化合物参考名单

附表 A 给出了加压流体萃取法提取土壤或沉积物中部分有机化合物的参考名单。

附表 A 加压流体萃取法提取的部分有机物参考名单

序号	名称	英文名	CAS No.	序号	名称	英文名	CAS No.
有机氯农药				有机氯农药			
1	α -六六六	α -BHC	319-84-6	17	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	1031-07-8
2	γ -六六六	γ - BHC	58-89-9	18	4、4' -滴滴涕	4、4' -DDT	50-29-3
3	β -六六六	β - BHC	319-85-7	19	异狄氏剂酮	Endrin ketone	53494-70-5
4	δ -六六六	δ - BHC	319-86-8	20	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	72-43-5
5	七氯	Heptachlor	76-44-8	21	灭蚊灵	Mirex	2385-85-5
6	艾氏剂	Aldrin	309-00-2	有机磷农药			
7	环氧七氯	Heptachlor epoxide	1024-57-3	22	乐果	Dimethoate	60-51-5
8	γ -氯丹	Gamma chlordane	5103-74-2	23	乙拌磷	Disulfoton	298-04-4
9	α -硫丹	α -Endosulfan I	1031-07-8	24	速灭磷	Mevinphos	7786-34-7
10	α -氯丹	α - Chlordane	5103-71-9	25	二嗪磷	Diazinon	333-41-5
11	狄氏剂	Dieldrin	60-57-1	26	丙硫磷	Tokuthion	34643-46-4
12	4、4' -滴滴异	4、4' -DDE	72-55-9	27	硫丙磷	Bolstar	35400-43-2
13	异狄氏剂	Endrin	72-20-8	28	皮蝇磷	Ronnel	299-84-3
14	β -硫丹	Beta- endosulfan II	33213-65-9	29	伐灭磷	Famphur	52-85-7
15	4、4' -滴滴滴	4、4' -DDD	72-54-8	30	甲基对硫磷	Methyl parathion	298-00-0
16	异狄氏剂醛	Endrin aldehyde	7421-93-4	31	甲拌磷	Phorate	298-02-2

序号	名称	英文名	CAS No.	序号	名称	英文名	CAS No.
有机磷农药				53	茚并(1,2,3-cd)芘	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	193-39-5
32	治螟磷	Sulfotep	3689-24-5	54	二苯并(a,h) 蒽	Dibenzo(a,h)anthracene	53-70-3
33	治线磷	Thionazin	297-97-2	55	苯并(ghi)芘	Benzo(ghi)perylene	191-24-2
34	毒死蜱	Thlorpyrifos	2921-88-2	多氯联苯			
氯代除草剂				56	2, 4, 4'-三氯联苯	PCB28	7012-37-5
35	2, 4-D	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid	94-75-7	57	2, 2', 5, 5'-四氯联苯	PCB52	35693-99-3
36	2,4-滴丁酸甲酯	2,4 DB-2-ethylhexyl ester	18625-12-2	58	2, 2', 3, 4, 4', 5'-六氯联苯	PCB138	35065-28-2
37	2,4,5-三氯苯氧乙酸	(2,4,5-richlorophenoxy)acetic acid	93-76-5	59	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB101	37680-73-2
38	2,4,5-涕丙酸甲酯	2,4,5-TP methyl ester	4841-20-7	60	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB153	35065-27-1
多环芳烃				61	2, 2', 3, 4, 4', 5, 5'-七氯联苯	PCB180	35065-29-3
39	萘	Naphthalene	91-20-3	62	2,3',4,4,5'-五氯联苯	PCB118	31508-00-6
40	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	其他半挥发性有机物			
41	茈	Acenaphthylene	83-32-9	63	N-亚硝基二甲胺	N-Nitrosodimethylamine	621-64-7
42	茈烯	Acenaphthene	208-96-8	64	N-亚硝基二正丙胺	N-Nitrosodi-n-propylamine	621-64-7
43	芴	Fuorene	86-73-7	65	苯 酚	Phenol	108-95-2
44	菲	Phenanthrene	85-01-8	66	2-氯苯酚	2-Chlorophenol	95-57-8
45	蒽	Anthracene	120-12-7	67	2-甲基苯酚	2-Methyl-Phenol	95-48-7
46	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0	68	4-甲基苯酚	4-Methylphenol	106-44-5
47	芘	Pyrene	129-00-0	69	2-硝基苯酚	2-Nitrophenol	88-75-5
48	苯并(b) 荧蒽	Benzo(b)fluoranthene	205-99-2	70	2,4-二甲苯酚	2,4-Dimethylphenol	105-67-9
49	蒽	Chrysene	218-01-9	71	2,4-二氯苯酚	2,4-Dichloro-phenol	120-83-2
50	苯并(k) 荧蒽	Benzo(k)fluoranthene	207-08-9	72	4-氯-3-甲基酚	4-Chloro-3-methyl-phenol	59-50-7
51	苯并(a)芘	Benzo(a)pyrene	50-32-8	73	2,4,6-三氯苯酚	2,4,6-Trichloro-phenol	1988-6-2
52	苯并(a) 蒽	Benzo(a) anthracene	56-55-3	74	4-硝基苯酚	4-Nitrophenol	100-02-7

序号	名称	英文名	CAS No.	序号	名称	英文名	CAS No.
75	六氯环戊二烯	1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-Hexachloro-	77-47-4	93	六氯丁二烯	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-	87-68-3
76	2,4,5-三氯苯酚	2,4,5-Trochlorophenol	95-95-4	94	六氯乙烷	Hexachloroethane	118-74-1
77	五氯苯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	95	双(2-氯乙氧基) 甲烷	Methane, bis(2-chloroethoxy)-	111-91-1
78	4, 6-二硝基-2-甲酚	4,6-Dinitro-2-methylphenol	534-52-1	96	偶氮苯	Azobenzene	103-33-3
79	2,4-二硝基苯酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	97	4-溴二苯基醚	4-Bromophenyl phenyl ether	101-55-3
80	2,4-二硝基甲苯	2,4-Dinitrotoluene	121-14-2	98	双(2-氯乙基)醚	Bis(2-chloroethyl) ether	111-44-4
81	硝基苯	Benzene, nitro-	98-95-3	99	4-氯苯基苯基醚	4-Chlorophenyl phenyl ether	7005-72-3
82	2,6-二硝基甲苯	2,6-Dinitrotoluene	606-20-2	100	双(2-氯异丙基)醚	Bis(2-chloroisopropyl)ther	108-60-1
83	2-硝基苯胺	2-Nitroaniline	88-74-4	101	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1
84	3-硝基苯胺	3-Nitroaniline	99-09-2	102	二苯并呋喃	Dibenzofuran	132-64-9
85	4-硝基苯胺	4-Nitroaniline	100-01-6	103	邻苯二甲酸二正丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2
86	4-氯苯胺	4-Chloroaniline	106-47-8	104	双(2-乙基己基) 邻苯二甲酸酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7
87	1,3-二氯苯	Benzene, 1,3-dichloro-	541-73-1	105	邻苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate	131-11-3
88	1,4-二氯苯	Benzene, 1,4-dichloro-	106-46-7	106	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl Phthalate	84-66-2
89	1,2-二氯苯	Benzene, 1,2-dichloro-	95-50-1	107	丁基苄基邻苯二甲酸酯	Benzyl butyl phthalate	85-68-7
90	1,2,4-三氯苯	Benzene, 1,2,4-trichloro-	120-82-1	108	邻苯二甲酸二正辛酯	Di-n-octyl phthalate	117-84-0
91	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1	109	2-氯萘	Naphthalene, 2-chloro-	91-58-7
92	咔唑	Carbazole	86-74-8				