

DB 23

黑 龙 江 省 地 方 标 准

DB23/T XXXX—XXXX

环境中新污染物检测样品前处理规范

（征求意见稿）

起草单位：黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心

联系人：王伟华

电话：13946012826

邮箱：wangwh126@126.com

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

黑龙江省市场监督管理局 发 布

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、赵硕、吴云莹、谭静雯、史博印、吕立鑫、苗然。

环境中新污染物检测样品前处理规范

1 范围

本文件规定了环境中水和废水、空气和废气、土壤和沉积物、固体废物中二氯甲烷等53种新污染物检测样品前处理方法的技术规范。

本文件适用于水和废水、空气和废气、土壤和沉积物、固体废物中二氯甲烷等53种新污染物的监测。

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 739 环境空气 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 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 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 1270 环境空气 26种多溴二苯醚的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法

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

HJ 1334 土壤和沉积物 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 推荐采用吹扫捕集前处理方式进行测定。

4.1.3 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。

4.1.4 分析仪器、实验器皿、曲线配置应单独设立区域。

4.1.5 实验用水宜煮沸冷却后使用，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、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、八溴二苯醚、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 萃取出现严重乳化时，宜采用加入数滴无水乙醇破乳。

4.2.4 震荡萃取时，保持相同的震荡频率及震荡时间。

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、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、直链全氟辛酸及其盐类、直链全氟辛基磺酸及其盐类、直链全氟壬酸及其盐类、多氯联苯、邻甲苯胺的前处理。

4.3.2 按照 HJ 478、HJ 699、HJ 715、HJ 1192、HJ 1333 的规定执行。

4.3.3 磷酸三(2-氯乙基)酯：用 6 ml 乙酸乙酯、6 ml 甲醇和 6 ml 实验用水，活化固相萃取柱（HLB，500mg/6ml）。量取 1000 ml 水样过固相萃取柱。上样结束后，用 10 ml 水淋固相萃取柱，然后用氮气吹干固相萃取柱，再分别用 5 ml 甲醇和 5 ml 乙酸乙酯洗脱固相萃取小柱，收集洗脱液，浓缩后液相色谱串联质谱分析。

- 4.3.4 萃取前如样品中有肉眼可见的悬浮物，宜采用玻璃纤维滤膜过滤后再进行萃取。
- 4.3.5 吹干固相萃取柱不应采用真空抽干的方式。
- 4.3.6 如用氨水甲醇溶液或甲酸甲醇溶液洗脱样品时，注意保持溶剂瓶的密闭性，防止氨水和甲酸的挥发，导致淋洗效率降低。

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、八溴二苯醚、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 835、HJ 805、HJ 892、HJ 900、HJ 901、HJ 902、HJ 912、HJ 921、HJ 950、HJ 952 的规定执行。
- 4.4.3 提取溶剂使用丙酮时，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，震荡十余次，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，加入硅藻土后宜研磨样品，使样品颗粒粒径在 0.5mm 之内。

4.5 微波萃取

- 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，以增加萃取效率。
- 4.5.4 宜采用基体加标方式选择适当的微波功率和反射。

4.6 超声提取

- 4.6.1 适用于环境空气和废气中 2,4-二硝基甲苯、土壤和沉积物中邻苯甲胺的前处理
- 4.6.2 按照 HJ 739、HJ 1210 的规定执行。
- 4.6.3 提取时应严格控制水浴温度，确保提取回收率。

4.7 水平震荡

- 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、邻苯二甲酸苄丁酯、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 脱硫也可采用凝胶色谱净化
- 5.2 固相萃取柱使用前宜用空白加标确定溶剂的使用量，并严格控制使用体积。
- 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 使用浓硫酸净化时，应确定目标物质不被浓硫酸破坏。

6 浓缩

- 6.1 浓缩溶剂时推荐采用真空平行浓缩、旋转蒸发配合氮吹的方式。
- 6.2 采用真空平行浓缩时，注意保持液面样品的高度的一致性。
- 6.3 严格控制水浴温度及浓缩后样品体积，严谨蒸干。

7 注意事项

- 7.1 实验室应配备足量的吸附剂，对于操作过程中不慎造成的有机溶剂洒落，应及时使用吸附剂处理，并用密封袋封存。
 - 7.2 前处理过程中涉及有机溶剂使用且具有非密闭环节的实验操作宜在废气收集的装置中进行，避免在开放空间中进行。
 - 7.3 加速溶剂提取池的管体宜用水清洗，上下盖子宜用有机溶剂清洗。
-