



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 765-2015

固体废物 有机物的提取

微波萃取法

Waste solid-Distilling of organic compound - Microwave extraction

(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。

2015-11-20 发布

2015-12-15 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 试样的制备.....	2
8 质量保证和质量控制.....	3
9 废物处理.....	3
10 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加标回收率	7

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。

本标准规定了提取固体废物中有机物的微波萃取法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 和附录 B 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 2015 年 11 月 20 日批准。

本标准自 2015 年 12 月 15 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、标准物质、固体废物样品含有毒化合物，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

本标准规定了提取固体废物中有机物的微波萃取法。

本标准适用于固体废物中多环芳烃、酞酸酯、有机氯农药、有机磷农药以及多氯联苯等有机物的提取。

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。

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

3 方法原理

微波射线可自由透过对微波透明的萃取介质，深入样品基体内部，按照不同物质对微波能吸收程度的不同，可对体系中不同组分进行选择性地加热，从而使目标物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和分析纯试剂和蒸馏水。

4.1 正己烷(C_6H_{14}): 农残级。

4.2 丙酮(CH_3COCH_3): 农残级。

4.3 正己烷-丙酮混合溶剂: 1+1 (v/v)。

用正己烷(4.1)和丙酮(4.2)按1:1的体积比混合。

4.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4): 无水硫酸钠应在500℃加热至少4h，去除结晶水和有机物，然后在密闭容器中冷却干燥。

4.5 硅藻土: 粒状硅藻土，20目~100目。

5 仪器和设备

5.1 微波萃取仪: 含装置配备的萃取罐和密封罐。

5.2 分析天平：精度 0.01 g。

5.3 样品筛：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 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。

固体废物样品应置于不含干扰物的具塞棕色玻璃瓶中，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，半挥发性有机物的保存期为一个月，易变质的样品应尽快分析。

6.2 样品的制备

将采集好的固体废物样品，置于干燥洁净的托盘上，先剔除杂质，再依据样品形态，选择不同的前处理方法：

6.2.1 容易研磨的固体废物样品：通过研磨或其他方法将样品压碎，使得样品颗粒大小能通过 1 mm 样品筛（5.3），使样品充分均匀化。

6.2.2 不容易研磨的固体废物样品：可用剪碎、撕碎或者其他方法减小样品的体积，使样品在萃取时被溶剂充分浸泡。也可在样品称量后，加入无水硫酸钠（4.4）、硅藻土（4.5）一起研磨。

7 试样的制备

7.1 萃取

称取 5 g~10 g（精准到 0.01 g）待测样品，置于微波萃取罐内，加入适量正己烷-丙酮混合溶剂（4.3），溶剂用量不超过萃取罐体积的三分之一。将装有样品的萃取罐放入密封罐中，然后将密封罐放到微波萃取仪（5.1）中，设定萃取温度和萃取时间（见表 1），开启仪器进行萃取。

表1 微波萃取参考条件

序号	分析项目	预加热时间/min	萃取时间/min	萃取温度/℃
1	多环芳烃类	5	10	90
2	酞酸酯类	5	10	110
3	有机氯农药	5	10	110
4	有机磷农药	5	10	90

5	多氯联苯	5	10	110
6	其他有机物	5	15	100

7.2 萃取液过滤

萃取完成后，待萃取液降至室温，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（4.4），将萃取液经上述玻璃漏斗过滤到浓缩管中，用少量正己烷-丙酮混合溶剂（4.3）洗涤玻璃漏斗和过滤后的残留物，合并萃取液，待后续处理。

8 质量保证和质量控制

质量保证和质量控制的要求，参照具体化合物的对应分析方法标准。

9 废物处理

实验室产生的含有机物废液和固体废物应集中收集，妥善保管，送具有资质的单位统一处置。

10 注意事项

10.1 样品萃取时，应注意萃取罐的密封，防止有机溶剂泄漏；萃取完成，萃取罐内有机溶剂压力降低后，方可打开萃取罐。

10.2 微波萃取仪应放置在通风橱中使用，并具有安全防爆措施。

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

序号	化合物名称	英文名	CAS No.
1	萘	Naphthalene	91-20-3
2	萘烯	Acenaphthylene	208-96-8
3	萘	Acenaphthene	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	Benz(a)anthracene	56-55-3
10	1,2-苯并菲	1,2-Benzophenanthracene	218-01-9
11	苯并(b)荧蒽	Benz(b)fluoranthene	205-99-2
12	苯并(k)荧蒽	Benz(k)fluoranthene	207-08-9
13	苯并(a)芘	Benz(a)pyrene	50-32-8
14	二苯并(a,h)蒽	Dibenz(a,h)anthracene	53-70-3
15	1,12-苯并芘	1,12-Benzperylene	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 chlordan	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	β - Endosulfan II	33213-65-9
35	PP'-DDD	4, 4' -DDD	72-54-8
36	O,P'-DDT	2, 4' -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	PCB8	34883-43-7
51	2,2',5'-三氯联苯	PCB18	37680-65-2
52	2,4,4'-三氯联苯	PCB28	7012-37-5
53	2,2',3,5'-四氯联苯	PCB44	41464-39-5
54	2,2',5,5'-四氯联苯	PCB52	35693-99-3
55	2,3',4,4'-四氯联苯	PCB66	32598-10-0
56	3,3',4,4'-四氯联苯	PCB77	32598-13-3
57	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB101	37680-73-2
58	2,3,3',4,4'-五氯联苯	PCB105	32598-14-4
59	2,3',4,4',5'-五氯联苯	PCB118	31508-00-6
60	3,3',4,4',5'-五氯联苯	PCB126	57465-28-8
61	2,2',3,3',4,4'-六氯联苯	PCB128	38380-07-3
62	2,2',3,4,4',5'-六氯联苯	PCB138	35065-28-2
63	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB153	35065-27-1
64	2,2',3,3',4,4',5'-七氯联苯	PCB170	35065-30-6
65	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	PCB180	35065-29-3
66	2,2',3,4',5,5',6'-七氯联苯	PCB187	52663-68-0
67	2,2',3,3',4,4',5,6-2,2',3,3',4,5,5',6-八氯联苯	PCB195	52663-78-2
68	2,2',3,3',4,4',5,5',6'-九氯联苯	PCB206	40186-72-9
69	十氯联苯	PCB209	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	Hexachlorobutadiene	87-68-3
100	六氯乙烷	Hexachloroethane	118-74-1
101	六氯环戊二烯	Hexachlorocyclopentadiene	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加标回收率

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	70.7~82.1	5.7	64.0~78.6	7.9
2	萘烯	70.1~78.1	4.0	65.1~84.9	11
3	萘	76.2~83.1	3.3	58.2~67.9	6.1
4	芴	81.2~90.1	3.8	60.2~71.0	6.4
5	菲	85.0~95.1	4.2	61.2~71.6	6.0
6	蒽	85.6~92.5	3.0	71.7~92.4	10
7	荧蒽	85.0~96.1	4.7	69.2~86.3	8.6
8	芘	89.0~96.1	3.0	75.2~86.1	5.5
9	苯并(a)蒽	81.2~93.5	5.4	73.1~88.1	7.2
10	1,2-苯并菲	85.2~92.1	3.1	79.0~89.2	5.3
11	苯并(b)荧蒽	89.2~96.1	2.9	71.3~84.7	6.5
12	苯并(k)荧蒽	88.2~95.1	2.8	66.3~96.7	16
13	苯并(a)芘	85.9~93.1	3.1	79.4~88.9	5.1
14	二苯并(a,h)蒽	84.6~91.7	3.1	78.4~87.8	5.1
15	1,12-苯并芘	89.2~96.1	2.9	80.4~92.4	5.7
16	茚并(1,2,3-cd)芘	90.1~97.0	2.8	80.6~93.9	5.9
17	双(2-乙基己基)酞酸酯	76.1~94.7	9.3	65.6~74.9	5.4
18	丁基苯基酞酸酯	72.6~83.2	5.0	62.5~81.0	10
19	酞酸二正丁酯	80.1~93.0	5.6	72.9~104	15
20	酞酸二乙酯	85.0~96.1	4.7	79.2~88.9	5.2
21	酞酸二甲酯	90.1~97.0	2.9	62.2~84.6	12
22	酞酸二正辛基酯	86.4~96.1	4.0	71.8~89.2	8.5
23	α -666	54.7~67.4	8.3	59.0~86.3	16
24	γ -666	62.3~70.4	4.6	60.3~81.7	12
25	β -666	75.1~82.0	3.2	55.5~77.4	14
26	δ -666	80.9~89.1	3.6	62.2~72.1	6.8
27	艾氏剂	62.0~72.4	5.9	59.7~69.6	5.3
28	七氯	62.6~77.1	8.5	58.5~78.6	10
29	氯丹	75.8~87.1	5.3	60.2~69.5	6.6
30	α -硫丹	79.7~88.1	3.7	59.6~78.5	9.3
31	PP'-DDE	81.3~94.1	5.7	71.3~83.1	6.9
32	狄氏剂	82.3~90.1	3.4	69.4~87.5	7.5
33	异狄氏剂	99.8~114	5.0	78.3~88.3	4.4
34	β -硫丹	79.2~86.1	3.0	68.2~85.5	8.8
35	PP'-DDD	80.4~89.1	3.8	66.3~81.6	8.0

36	OP'-DDT	83.8~91.2	3.2	71.3~83.7	5.9
37	PP'-DDT	82.4~89.5	3.1	68.7~84.6	8.0
38	灭蚁灵	82.1~89.0	3.0	72.9~82.2	4.9
39	敌敌畏	53.1~63.1	6.5	61.1~76.6	8.8
40	内吸磷	62.0~69.5	4.3	60.7~79.7	11
41	乐果	52.4~61.1	5.7	62.3~82.6	12
42	马拉硫磷	69.5~79.4	4.9	69.0~83.5	7.2
43	对硫磷	75.3~82.2	3.4	65.5~73.8	4.5
44	甲基对硫磷	85.0~93.1	3.4	75.3~84.9	4.2
45	速灭磷	86.1~93.1	3.1	74.4~84.6	4.9
46	甲拌磷	84.2~91.1	3.0	80.0~90.7	4.8
47	杀螟硫磷	75.9~82.8	3.1	78.2~88.1	4.5
48	水胺硫磷	71.8~79.1	3.7	64.0~72.1	4.3
49	杀扑磷	77.6~86.1	3.9	65.5~83.1	12
50	PCB8	56.4~69.4	8.2	55.0~62.0	5.4
51	PCB18	62.0~72.1	5.7	54.6~75.9	14
52	PCB28	63.0~73.3	5.7	59.0~66.5	4.3
53	PCB44	72.3~79.2	3.4	60.3~72.6	6.9
54	PCB52	74.5~85.2	5.1	67.7~79.6	6.0
55	PCB66	84.2~91.1	3.0	66.2~75.6	5.0
56	PCB77	88.6~96.1	3.1	69.3~79.6	5.1
58	PCB101	88.7~97.1	3.4	74.4~85.0	5.0
58	PCB105	87.7~105	7.6	75.6~87.6	5.5
59	PCB118	91.4~99.3	3.1	79.0~90.7	5.1
60	PCB126	90.6~99.2	3.4	74.9~84.4	4.8
61	PCB128	89.4~96.3	2.8	69.4~80.6	6.1
62	PCB138	92.9~100	3.0	74.4~85.7	5.9
63	PCB153	91.5~99.3	3.1	76.3~87.1	5.6
64	PCB170	91.6~98.5	2.7	79.3~90.6	5.6
65	PCB180	94.4~102	3.1	81.4~91.7	4.8
66	PCB187	95.7~103	2.7	85.3~96.1	4.8
67	PCB195	96.0~106	3.8	83.3~93.9	5.5
68	PCB206	94.2~101	2.3	81.4~92.0	5.4
69	PCB209	95.2~102	2.4	84.4~95.8	5.5
70	N-亚硝基二甲胺	42.9~52.3	8.1	35.7~45.7	9.9
71	N-亚硝基二正丙胺	81.2~89.2	3.5	54.7~64.4	6.5
72	苯酚	46.0~56.3	7.9	40.3~56.5	15
73	2-氯苯酚	81.9~90.1	3.6	85.2~97.4	6.2
74	2-甲基苯酚	74.9~86.1	5.3	61.1~72.6	6.9
75	4-甲基苯酚	81.9~91.1	3.9	68.9~77.7	4.7
76	2-硝基苯酚	49.9~59.2	6.4	68.2~76.9	5.1
77	2,4-二甲苯酚	62.8~73.2	5.8	45.3~53.9	6.7

78	2,4-二氯苯酚	72.2~79.1	3.2	58.6~66.0	4.9
79	4-氯-3-甲基酚	62.4~70.3	4.3	62.0~72.5	6.3
80	2,4,6-三氯苯酚	71.3~82.1	5.0	64.0~73.8	5.8
81	4-硝基苯酚	85.3~92.2	2.9	76.0~85.7	4.7
82	2,4,5-三氯苯酚	79.8~86.7	3.0	55.7~65.4	6.4
83	五氯苯酚	76.3~88.1	5.1	72.9~82.2	4.7
84	4, 6-二硝基-2-甲酚	58.1~69.1	6.4	64.0~72.1	5.1
85	2,4-二硝基苯酚	69.6~77.4	3.8	59.0~66.5	5.0
86	2,4-二硝基甲苯	86.4~97.1	4.0	74.0~83.9	5.4
87	硝基苯	81.4~91.2	3.9	72.4~81.6	5.0
88	2,6-二硝基甲苯	80.7~91.8	4.5	64.1~72.2	4.6
89	2-硝基苯胺	80.8~89.1	3.4	69.2~84.5	8.8
90	3-硝基苯胺	83.3~90.2	3.2	75.2~85.8	6.1
91	4-硝基苯胺	84.5~91.4	2.9	80.4~90.6	5.2
92	4-氯苯胺	70.4~82.1	5.6	72.4~81.6	5.2
93	1,3-二氯苯	66.4~77.1	5.4	63.2~77.8	9.1
94	1,4-二氯苯	81.4~90.3	3.5	60.4~83.4	14
95	1,2-二氯苯	78.1~89.2	4.6	61.2~81.5	11
96	1,2,4-三氯苯	85.5~93.1	3.4	57.0~84.6	16
97	咔唑	53.3~69.1	11	70.0~83.9	7.0
98	六氯苯	82.7~90.0	3.1	71.0~89.0	8.7
99	六氯丁二烯	80.8~88.1	3.1	62.7~70.7	5.2
100	六氯乙烷	83.7~92.1	3.3	60.6~69.1	5.6
101	六氯环戊二烯	86.6~94.1	3.0	65.9~85.3	9.9
102	双(2-氯乙氧基) 甲烷	63.5~77.4	7.7	68.0~80.4	6.5
103	偶氮苯	95.2~107	4.2	80.6~100	8.5
104	4-溴二苯基醚	82.4~91.1	3.4	76.9~101	11
105	双(2-氯乙基)醚	84.4~92.1	3.1	75.9~89.4	6.5
106	4-氯苯基苯基醚	84.1~91.0	2.9	77.0~93.7	7.6
107	双(2-氯异丙基)醚	78.1~86.4	3.5	74.0~95.1	9.7
108	异佛尔酮	53.8~69.2	10	57.0~72.2	8.9
109	二苯并呋喃	75.2~84.6	4.6	61.3~69.1	5.2
110	2-氯萘	80.7~88.8	3.3	54.9~74.6	12

表中数据由江苏省环境监测中心提供。在 10.0 g 的实际固体废物样品中加入 100 μl 浓度为 10.0 mg/L 的标准物质，加标浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。分析条件：色谱柱：DB-5MS (30 m \times 0.25 mm \times 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 $^{\circ}\text{C}$ ；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 $^{\circ}\text{C}$ ，以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 30 min；进样量：1.0 μl 。质谱分析条件：四极杆：150 $^{\circ}\text{C}$ ；离子源：230 $^{\circ}\text{C}$ ；传输线温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；全扫描 (SCAN) 模式；溶剂延迟时间：3 min。