

液液萃取/气相色谱-质谱法同时测定污水中12种邻苯二甲酸酯类化合物

梁春丽¹, 文粤艳², 张瑞玲², 廖振伟¹, 宋玉梅², 梁维新^{2*}, 郭鹏然²

(1. 珠海东禹环保科技有限公司, 广东 珠海 519090; 2. 广东省化学测量与应急检测技术重点实验室, 广东省水环境污染在线监测工程技术研究中心, 广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心), 广东 广州 510070)

摘要: 采用气相色谱-质谱(GC-MS)建立了污水中12种邻苯二甲酸酯(PAEs)的同时测定方法。样品中加入100 mg/L的抗坏血酸减少基质干扰, 采用正己烷液液萃取(正己烷: 样品=250: 1, 体积比), 优化萃取条件后利用GC-MS法测定有机相, 内标法定量。结果表明, 12种PAEs在10~1000 µg/L范围内线性关系良好, 相关系数(r^2)大于0.99; 方法检出限和定量下限分别为0.004~0.068 µg/L和0.013~0.227 µg/L; 平均加标回收率为84.0%~122%, 相对标准偏差为0.23%~19%。利用该方法对珠三角5家不同处理工艺污水处理厂实际进水样品中的PAEs进行测定, 除常见的邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二-2-乙基己基酯外, 还检出邻苯二甲酸二正辛酯。该方法具有较好的准确性及稳定性, 适用于实际污水样品中痕量PAEs的准确分析测定。

关键词: 邻苯二甲酸酯; 污水; 气相色谱-质谱法; 液液萃取; 基质干扰

中图分类号: O657.7; X132 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(XXXX)XX-0001-07

Simultaneous Determination of 12 Phthalate Esters in Wastewater via Liquid - Liquid Extraction/Gas Chromatography - Mass Spectrometry

LIANG Chun-li¹, WEN Yue-yan², ZHANG Rui-ling², LIAO Zhen-wei¹, SONG Yu-mei², LIANG Wei-xin^{2*}, GUO Peng-ran²

(1. Zhuhai Dongyu Environmental Protection Technology Co., Ltd, Zhuhai 519090, China; 2. Guangdong Provincial Key Laboratory of Chemical Measurement and Emergency Test Technology, Guangdong Provincial Engineering Research Center for Online Monitoring of Water Pollution, Institute of Analysis, Guangdong Academy of Sciences (China National Analytical Center, Guangzhou), Guangzhou 510070, China)

Abstract: In this study, a method for simultaneous determination of 12 phthalate esters (PAEs) in wastewater using gas chromatography - mass spectrometry (GC-MS) was established. For each sample, 100 mg/L of ascorbic acid was added to reduce matrix interference; then, liquid - liquid extraction was performed using *n*-hexane (250: 1, volume ratio). Following optimization of the extraction conditions, the organic phase was determined via GC-MS and quantified using the internal standard method. The results revealed good linearity for the 12 PAEs in the concentration range of 10 to 1000 µg/L, with correlation coefficients (r^2) > 0.99. The limits of detection and limits of quantification were in the ranges of 0.004 to 0.068 µg/L and 0.013 to 0.227 µg/L, respectively. The average spiked recoveries ranged from 84.0% to 122%, and the relative standard deviations were between 0.23% and 19%; these results indicate that the proposed method has good accuracy and stability. This method was used to determine PAEs in real influent samples from five wastewater treatment plants in the Pearl River Delta, where each plant employs different treatment processes.

收稿日期: 2026-05-06; 修回日期: 2026-06-17

基金项目: 广东省重点领域研发计划项目(2020B1111350002); 珠海市社会发展领域科技计划项目(2420004000029); 广东省基础与应用基础研究基金项目(2025A1515010325); 广东省科学院发展专项资金项目(2024GDASZH-2024010102); 广东省科学院青年人才专项(2025GDASQNR-0316)

* 通讯作者: 梁维新, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 分析测试技术与方法开发, E-mail: lweixin920@126.com

In addition to the common phthalates such as diisobutyl phthalate, dibutyl phthalate, and bis (2-ethylhexyl) phthalate, dioctyl phthalate was also detected. Thus, the proposed method is suitable for the accurate analysis and determination of trace PAEs in real wastewater samples.

Key words: phthalate esters; wastewater; gas chromatography - mass spectrometry; liquid - liquid extraction; matrix effect

邻苯二甲酸酯 (PAEs) 作为增塑剂, 在全球工业、医疗及家用日化品等多个领域广泛使用^[1-4]。由于 PAEs 与聚合物非化学键合^[5], 易通过塑料老化释放到环境, 经雨水、城市污水、工业废水、垃圾渗滤液等途径进入水体^[6-8]。流行病学研究表明, PAEs 具有内分泌干扰特性和生物累积性, 长期暴露下可对水生生物及人类的代谢、生殖发育和免疫系统造成不良影响^[9], 已被全球多个国家和地区列为优先控制污染物^[5, 10-11]。此外, 我国《城镇污水处理厂污染物排放标准》对邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的限定排放浓度不超过 0.1 mg/L^[12]。因此, 建立一种高效率、高准确性和高稳定性的 PAEs 检测方法, 是实现其污染精准管控的方法前提。

目前, 邻苯二甲酸酯类 (PAEs) 的常规检测技术以色谱类方法为主, 包括液相色谱法 (HPLC)、液相色谱-质谱联用法 (LC-MS)、气相色谱法 (GC) 以及气相色谱-质谱联用法 (GC-MS)^[13-16]。由于该类污染物在水体环境中含量较低, 需对水样进行富集净化预处理^[17], 从而实现水中 PAEs 的准确检测。常用的富集方法主要有固相萃取、固相微萃取、液液萃取、双水相萃取等^[18-19]。目前已报道的水体中 PAEs 分析方法的检测种类较少且多用于低基质水体 (如地表水、饮用水)^[20]。然而, 城镇污水等较复杂基质水体中含有腐殖酸、表面活性剂、残留氧化剂等物质, 易与 PAEs 竞争萃取剂或抑制质谱离子化效率, 导致目标物回收率偏低、检测灵敏度下降, 使现有检测方法难以满足污水中多种类 PAEs 的精准测定需求。

为解决上述问题, 本研究建立了一种基于气相色谱-质谱 (GC-MS) 的分析方法。该方法在 HJ 1242^[21] 基础上建立样品前处理流程及消除污水基质干扰, 结合选择离子监测 (SIM) 模式与内标法定量。相较于目前标准方法测定的 6 种 PAEs, 本方法在单次进样中即可实现对 12 种 PAEs 的同时准确测定, 为污水中 PAEs 的高效、准确检测提供了可靠技术支撑, 进而为水环境中 PAEs 的污染评价与风险管控奠定基础。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS, 7890A-5975C, 美国安捷伦公司); 氮吹仪 (BF-2000F, 北京八方世纪公司); 磁力搅拌器 (RCT basic, 德国艾卡公司); 玻璃纤维滤膜 (GF/F, 50 mm×0.45 μm, 上海金晶公司); 磁力搅拌子 (15 mm, 聚四氟乙烯)。

所有标准品和内标物的纯度均≥99%。正己烷和甲醇 (色谱纯, 德国默克公司); 丙酮和二氯甲烷 (色谱纯, 上海安谱公司); 抗坏血酸 (分析纯, 广州化学试剂厂); 分析用水为蒸馏水 (香港屈臣氏公司)。

标准溶液配制: 采用正己烷作为溶剂, 制备包含 12 种 PAEs 组分、质量浓度为 1000 mg/L 的混合标准储备液。精密移取适量上述储备液, 以丙酮为稀释剂进行梯度稀释, 配制成浓度为 10 mg/L 的混合标准工作溶液, 置于 -20 °C 条件下密封保存。

取两种浓度为 100 mg/L 的同位素内标正己烷储备液, 以丙酮为稀释溶剂定容, 配制成质量浓度为 10 mg/L 的混合内标储备液, 密封后置于 -20 °C 环境中贮存。

1.2 水样采集

本研究以珠三角地区 5 家采用不同处理工艺的污水处理厂 (WWTP1~WWTP5) 进水样品为研究对象。各污水处理厂的工艺类型、主要废水来源及日处理规模如下: WWTP1 采用高级氧化工艺, 以工业废水为主要处理对象, 日处理量为 14552 m³; WWTP2 采用循环活性污泥工艺, 处理生活污水, 日处理量为 30000 m³; WWTP3 采用氧化沟工艺, 处理生活污水, 日处理量为 60000 m³; WWTP4 采用改良活性污泥工艺, 处理生活污水, 日处理量为 100000 m³; WWTP5 采用传统活性污泥工艺, 处理生活污水

水, 日处理量为 40000 m³。采样时, 在各污水处理厂进水口分别采集 5 L 水样于棕色玻璃瓶中。样品采集后立即运回实验室, 经 0.45 μm 玻璃纤维滤膜过滤后, 于 4 °C 条件下保存, 并在 48 h 内完成分析。

1.3 水样前处理方法

准确量取 500 mL 水样置于棕色平底玻璃瓶中, 依次加入 0.050 g 抗坏血酸、40 μL 混合内标储备液 (10 mg/L)、2 mL 正己烷和 1 个磁力搅拌子。将样品置于磁力搅拌器上, 以 1320 r/min 搅拌 25 min; 搅拌结束后静置 2 min, 用玻璃注射器取上清液 1 mL, 转移至进样瓶中, 待 GC-MS 分析。

1.4 样品分析

色谱条件: 采用安捷伦 DB-5MS 毛细管色谱柱 (规格 30 m×0.25 mm×0.25 μm); 进样口温度设定为 290 °C; 柱温程序升温方案: 初始温度 60 °C, 恒温保持 1 min; 以 10 °C/min 速率升温至 280 °C, 然后按照 20 °C/min 升温至 300 °C, 持续恒温 6 min。载气选用纯度高于 99.999% 的高纯氦气, 恒定流速 1 mL/min; 进样体积 1 μL, 采用不分流进样方式。

质谱条件: EI 源, 电离电子能量 70 eV; 传输线、四极杆以及离子源温度依次设置为 290 °C、150 °C、230 °C; 溶剂延迟 3 min; 检测扫描模式结合 SCAN 与 SIM; 质荷比 (*m/z*) 扫描区间 45~550。各目标分析物对应的质谱采集参数详见表 1。

表 1 邻苯二甲酸酯的质谱参数

Table 1 MS parameters for PAEs

Compound	Abbreviation	Molecular weight	Retention time/ min	Quantification ion (<i>m/z</i>)	Qualitative ion (<i>m/z</i>)
Diisobutyl phthalate (邻苯二甲酸二异丁酯)	DIBP	278.34	16.712	149	223, 104
Dibutyl phthalate (邻苯二甲酸二丁酯)	DBP	278.34	17.679	149	205, 104
Bis (4-methyl-2-pentyl) phthalate (邻苯二甲酸二-4-甲基-2-戊基酯)	BMPP	334.45	18.752	149	167, 251
Dipentyl phthalate (邻苯二甲酸二正戊酯)	DNPP	306.4	19.487	149	237, 104
Dihexyl phthalate (邻苯二甲酸二己酯)	DHXP	334.45	21.170	149	251, 103
Benzyl butyl phthalate (邻苯二甲酸二丁苄酯)	BBP	312.36	21.269	149	206, 123
Bis (2-butoxyethyl) phthalate (邻苯二甲酸二丁氧基乙基酯)	DBEP	366.45	22.218	149	193, 101
Dicyclohexyl phthalate (邻苯二甲酸二环己酯)	DCHP	330.42	22.621	149	167, 249
Bis (2-ethylhexyl) phthalate (邻苯二甲酸二-2-乙基己基酯)	DEHP	390.56	22.677	149	167, 279
Diphenyl phthalate (邻苯二甲酸二苯酯)	DPHP	318.32	22.875	225	152, 104
Diethyl phthalate (邻苯二甲酸二正辛酯)	DNOP	390.56	24.108	149	279, 207
Dinonyl phthalate (邻苯二甲酸二壬酯)	DNP	418.61	25.453	149	293, 132

2 结果与讨论

2.1 仪器分析条件的优化

鉴于 PAEs 属于弱极性化合物, 实本研究采用键合 5% 苯基-95% 二甲基硅亚芳基聚硅氧烷固定相的弱极性石英毛细管柱完成分离。以 1000 μg/L 的混合标准溶液优化色谱条件, 经过优化程序升温条件, 12 种 PAEs 可在 26 min 内依次出峰, 并获得良好的分离效果 (图 1), 满足定性与定量分析要求。GC-MS-SIM 的选择性好、抗干扰能力强、准确度高, 因此本研究采用该方法对目标物进行定性与定量分析。

2.2 样品前处理条件的优化

2.2.1 污水样品基质干扰的消除 污水样品基质复杂, 通常含有余氯、臭氧等残留氧化剂, 以及腐

殖酸、含氮有机物等干扰物质,易对PAEs检测产生基质效应^[22-23]。据研究报道,目前污水中基质干扰通常可通过加入叠氮化钠消除^[24],或采用抑制比法进行校正^[23]。然而,本研究所采集的污水样品在未经处理的情况下未获得有效信号,无法采用抑制比法进行校正;同时,加入叠氮化钠后基质干扰仍然较为严重。

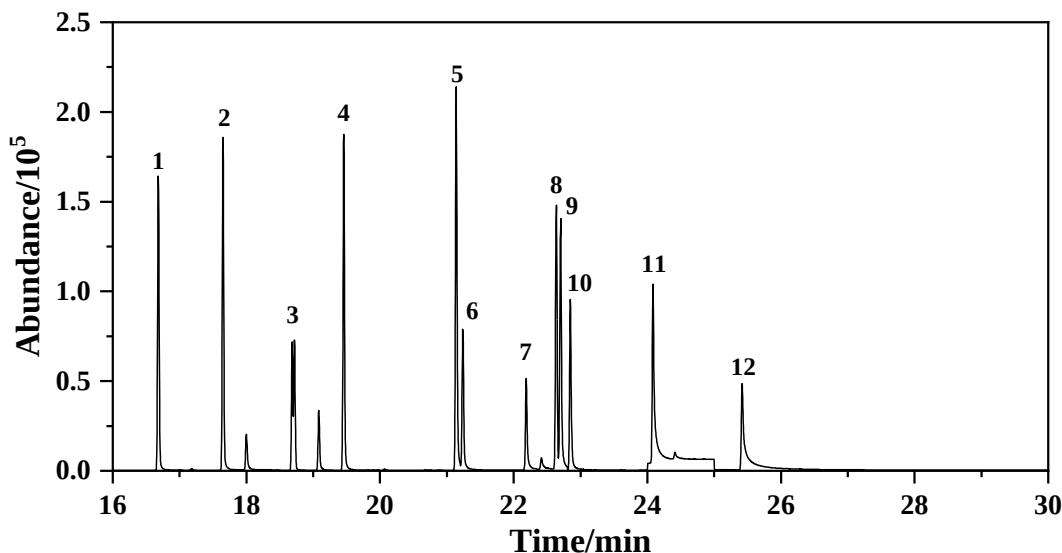


图1 12种PAEs的总离子流色谱图

Fig. 1 Total ion chromatogram for 12 PAEs

1. DIBP, 2. DBP, 3. BMPP, 4. DNPP, 5. DHXP, 6. BBP, 7. DBEP, 8. DCHP, 9. DEHP, 10. DPHP, 11. DNOP, 12. DNP

抗坏血酸作为强还原剂,一方面可优先与污水中的余氯、残留氧化剂发生还原反应从而消耗其中的氧化性物质^[25],避免PAEs发生氧化降解,维持目标物浓度稳定。另一方面,抗坏血酸可与基质中的含氮化合物发生络合反应^[26],从而降低其对PAEs特征离子响应强度的抑制作用。实验发现,在污水样品中加入100 mg/L的抗坏血酸后可有效消除样品的基质干扰(图2A),而加入0.01%抗坏血酸后,GC-MS检测过程中PAEs的特征离子峰信号稳定(图2B),未出现明显峰抑制现象,表明在该浓度下的抗坏血酸可有效消除污水基质对PAEs测定的干扰。

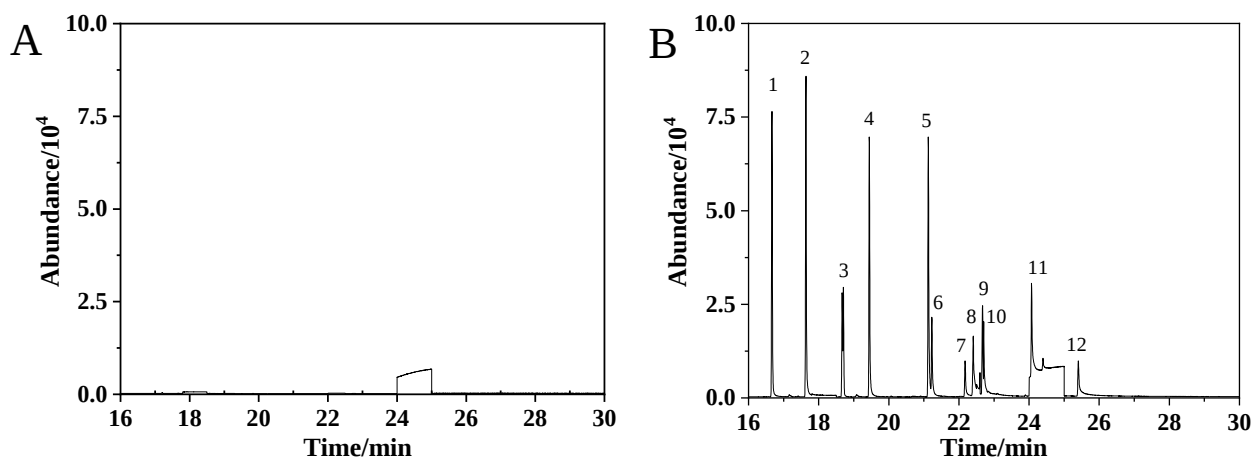


图2 未添加抗坏血酸(A)与添加抗坏血酸后(B)基质加标样品的总离子流色谱图

Fig. 2 Total ion chromatograms of matrix-spiked samples in absence (A) and presence (B) of ascorbic acid

1. DIBP, 2. DBP, 3. BMPP, 4. DNPP, 5. DHXP, 6. BBP, 7. DBEP, 8. DCHP, 9. DEHP, 10. DPHP, 11. DNOP, 12. DNP

2.2.2 液液萃取溶剂的选择 从化学性质上看,PAEs的弱极性决定了其在弱极性或非极性溶剂中的萃取效率通常优于极性溶剂。本研究分别考察了乙酸乙酯和正己烷两种萃取溶剂对12种PAEs的萃取效果(图3)。结果表明,以正己烷为萃取剂时,各目标物的回收率显著高于乙酸乙酯,其中DPHP在乙酸乙酯中的萃取回收率低于30%。这可能是由于乙酸乙酯在污水中易同时萃取较多脂质类共萃物,

进而增强基质效应，导致目标物响应较低，从而影响回收率。综合考虑萃取效率与基质干扰因素，最终选定正己烷作为液液萃取溶剂。

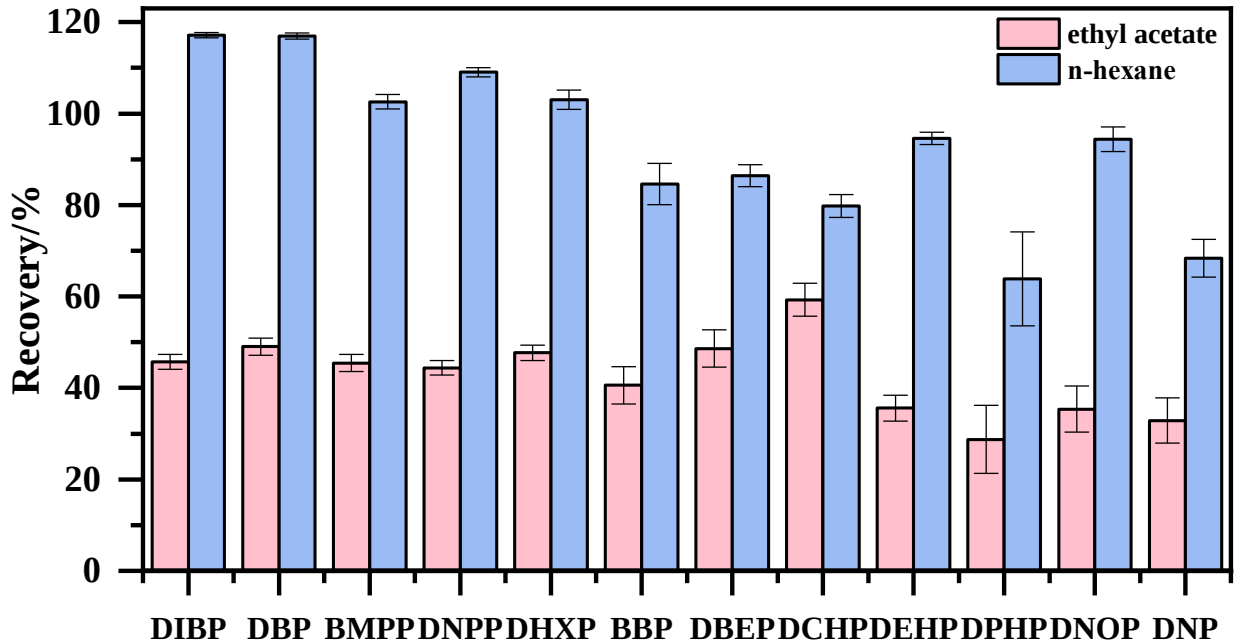


图3 萃取溶剂对污水中 12 种邻苯二甲酸酯萃取效率的影响

Fig. 3 Effect of extraction solvent on extraction recoveries of 12 PAEs in wastewater

2.2.3 液液萃取强度的选择 液液萃取过程中，萃取强度控制不当易引发乳化现象，进而影响相分离效率与萃取回收率。因此，在体积样品和磁力搅拌子尺寸相同的条件下，本研究考察了不同搅拌速度对目标物回收率的影响。结果表明，当搅拌速度为 1300 r/min 时，各目标物的加标回收率较低，表明萃取不完全；当搅拌速度提升至 1320 r/min 时，回收率明显升高，萃取效率显著改善；搅拌速度进一步提高至 1350、1380、1400 r/min 时，体系出现明显乳化现象，导致回收率出现假性升高，并增加了相分离难度。综合考虑萃取效率与操作可行性，本研究选择 1320 r/min 作为最佳萃取速度。

2.3 线性范围、检出限与定量下限

配制质量浓度分别为 10、20、30、50、100、200、500、1000 $\mu\text{g/L}$ 的 PAEs 混合标准系列溶液，各标准工作液中内标物的质量浓度均为 200 $\mu\text{g/L}$ ，采用内标法定量。如表 2 所示，各目标物在 10~1000 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好，线性相关系数 (r^2) 为 0.9910~0.9997。以 3 倍信噪比 (S/N) 确定方法检出限 (LOD) 为 0.004~0.068 $\mu\text{g/L}$ ，以 10 倍 S/N 确定方法定量下限 (LOQ) 为 0.013~0.227 $\mu\text{g/L}$ 。

表2 12种PAEs的线性方程、相关系数、检出限和定量下限

Table 2 Linear equations, correlation coefficients (r^2), LODs, and LOQs for 12 PAEs

Compound	Regression equation	Correlation coefficient (r^2)	LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)
DIBP	$Y=1.3202X-4.9072$	0.9997	0.004	0.014
DBP	$Y=1.5203X-6.0841$	0.9996	0.004	0.013
BMPP	$Y=0.8757X-4.1896$	0.9997	0.010	0.035
DNPP	$Y=1.6450X-9.0030$	0.9996	0.004	0.013
DHXP	$Y=1.6793X-12.246$	0.9996	0.004	0.013
BBP	$Y=0.5579X-5.2726$	0.9969	0.033	0.109
DBEP	$Y=0.1742X-1.4238$	0.9976	0.048	0.160
DCHP	$Y=1.0557X-7.1383$	0.9987	0.006	0.020
DEHP	$Y=0.8241X-5.2879$	0.9994	0.006	0.019
DPHP	$Y=0.9117X-4.9420$	0.9990	0.027	0.090
DNOP	$Y=0.9095X-6.9756$	0.9975	0.013	0.042
DNP	$Y=0.5485X-4.8833$	0.9910	0.068	0.227

X represents the concentration ($\mu\text{g/L}$), and Y represents the corresponding chromatographic peak area

2.4 方法准确度与精密度

为验证方法的可靠性和重复性,在污水处理厂进水样品中分别加入低、中、高3个质量浓度(20、50、100 $\mu\text{g/L}$)的PAEs混合标准溶液,采用“1.3”方法进行样品前处理。每个浓度水平设置3个平行样,计算加标回收率和相对标准偏差(RSD)。如表3所示,12种目标物在污水样品中的回收率为84.0%~122%,RSD为0.23%~19%,均满足水环境中有机污染物分析的质量控制要求,表明本方法可用于实际水样中12种PAEs的分析测定。

表3 12种邻苯二甲酸酯的回收率及相对标准偏差

Table 3 Spiked recoveries and relative standard deviations of 12 PAEs

Compound	Spiked level 20 $\mu\text{g/L}$		Spiked 50 $\mu\text{g/L}$		Spiked 100 $\mu\text{g/L}$	
	Recovery/%	RSD/%	Recovery/%	RSD/%	Recovery/%	RSD/%
DIBP	84.0	1.3	113	12	114	3.6
DBP	88.9	0.28	122	12	115	2.9
BMPP	98.7	1.8	106	12	109	4.5
DNPP	99.6	9.3	87.6	4.4	111	1.9
DHXP	108	0.39	87.2	2.8	109	4.5
BBP	113	0.23	99.3	6.4	90.6	3.0
DBEP	106	0.81	116	10.7	93.3	6.1
DCHP	110	0.92	114	2.8	98.9	15
DEHP	102	0.26	104	6.4	109	11
DPHP	109	0.92	112	3.9	79.5	12
DNOP	117	1.4	104	6.4	102	5.6
DNP	122	1.4	109	1.6	87.3	19

2.5 方法对比

将本方法与现有标准及文献报道的水中PAEs检测方法进行对比(见表4),结果显示本方法具有检出限低、分析速度快的优势,且可同时测定多种PAEs,能够满足水中PAEs的高通量检测需求。

表4 水中PAEs检测方法对比

Table 4 Comparison of detection methods for PAEs in water

Analytical method	Detected PAEs (species)	LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	Analysis time/min	Reference
LLE-HPLC	3	0.91~6.6	30	23
SPE-HPLC-MS/MS	15	0.002~0.632	26	27
LLE-HPLC-MS/MS	6	0.8~9	17	21
LLE-GC-MS	12	0.04~3.60	26	This work

2.6 实际样品分析

采用本方法对广东省5家采用不同处理工艺的污水处理厂进水样品进行检测,共检出DIBP、DBP、DEHP、DNOP 4种PAEs(表5),其它8种PAEs均未检出。这可能是由于上述4种PAEs是国内外最常用、产量最大的塑化剂,被广泛应用于各类产品,因此污水废水中残留量较大。除DNOP外,DIBP、DBP和DEHP在5家污水处理厂进水样品中均为100%检出,且DBP的浓度水平最高,检出范围为0.04~3.60 $\mu\text{g/L}$ 。

表5 5家污水处理厂进水样品中12种PAEs的检测结果($\mu\text{g/L}$)

Table 5 Detection results for 12 PAEs in influent samples from five water treatment plants ($\mu\text{g/L}$)

Compounds	WWTP1	WWTP2	WWTP3	WWTP4	WWTP5
DIBP	0.35±0.12	0.26±0.10	0.36±0.11	0.92±0.00	0.02±0.03
DBP	2.72±1.23	1.46±0.61	1.31±0.26	3.60±0.02	0.04±0.06
DEHP	0.22±0.04	0.02±0.00	0.13±0.03	0.04±0.03	0.00±0.01
DNOP	n. d.	n. d.	n. d.	0.04±0.00	0.03±0.00

n. d. : not detect

3 结 论

本研究建立了一种基于液液萃取/气相色谱-质谱检测污水中12种PAEs的分析方法,并成功应用于珠三角地区5家不同处理工艺的污水处理厂进水实际样品分析。结果发现,PAEs在污水处理厂进水中普遍存在,其中DBP为主要优势污染物。本方法具有前处理过程简便、分析时间短、灵敏度高、准

确性好和稳定性强等优点,适用于城市污水中 PAEs 的痕量监测分析,可为水环境中新污染物的含量监控与风险评估提供技术支撑。

参考文献:

- [1] Xian Z N, Gong H B, Xu Y, Zhu N W. *J. Hazard. Mater.*, **2025**, 492 (12): 138248–138267.
- [2] Luo Q, Liu Z H, Yin H, Dang Z, Wu P X, Zhu N W, Lin Z, Liu Y. *Water Res.*, **2018**, 147 (20): 362–372.
- [3] Zhang Y J, Guo J L, Xue J C, Bai C L, Guo Y. *Environ. Pollut.*, **2021**, 291 (24): 118106–118120.
- [4] Zhang X, Shen R Q, Xia P, Tan H L, Deng Y F. *J. Hazard. Mater.*, **2025**, 497 (17): 139614–139627.
- [5] Net S, Sempéré R, Delmont A, Paluselli A, Ouddane B. *Environ. Sci. Technol.*, **2015**, 49 (7): 4019–4035.
- [6] Zhao K, Wang S W, Bai M X, Wang S, Li F X. *Sci. Total Environ.*, **2024**, 930 (25): 172696–172703.
- [7] Xiu J N, Geng B, Liu M K, Han X, Zhang D G, Bai X H. *Water Res.*, **2026**, 288 (1): 124626–124635.
- [8] Du L P, Ma L J, Qiao Y, Lu Y, Xiao D. *Food Chem.*, **2016**, 197 (8): 1200–1206.
- [9] Zhang Y, Jiao Y Q, Li Z X, Tao Y, Yang Y. *Sci. Total Environ.*, **2021**, 771 (22): 145418–145440.
- [10] Keith L, Telliard W. *Environ. Sci. Technol.*, **1979**, 13 (4): 416–423.
- [11] Zeng F, Cui K Y, Xie Z Y, Wu L N, Liu M, Sun G Q, Lin Y J, Luo D L, Zeng Z X. *Environ. Pollut.*, **2008**, 156 (6): 425–434.
- [12] GB 18918–2002. *Discharge Standard of Pollutants for Municipal Wastewater Treatment Plant. National Standards of the People's Republic of China* (城镇污水处理厂污染物排放标准. 中华人民共和国国家标准).
- [13] Fan Y Y, Liu S H, Xie Q L. *Talanta*, **2014**, 119 (2): 291–298.
- [14] Wang C, Ning X J, Wan N, Xu S J, Jiang C C, Bai Z H, Ma J Y, Zhang X P, Wang X P, Zhuang X L. *J. Hazard. Mater.*, **2024**, 475 (15): 134934–134944.
- [15] Tang S Y, He C, Thai P, Vijayasathay S, Mackie R, Toms L M L, Thompson K, Hobson P, Tschärke B, O'Brien J W, Mueller J F. *Environ. Int.*, **2020**, 137 (4): 105534–105541.
- [16] Lorre E, Bianchi F, Vybernaite-Lubiene I, Měžině J, Zilius M. *Environ. Res.*, **2023**, 235 (20): 116667–116675.
- [17] Guo L H, Ma X G, Xie X W, Huang R F, Zhang M Y, Li J, Zeng G L, Fan Y M. *Chem. Eng. J.*, **2019**, 361 (7): 245–255.
- [18] Zhang N, Lei X Y, Huang T, Su L S, Zhang L, Xie Z H, Wu X P. *Chem. Eng. J.*, **2020**, 386 (8): 124003–124012.
- [19] Kim M, Song N R, Choi J H, Lee J, Pyo H. *Sci. Total Environ.*, **2014**, 470 (5): 1408–1413.
- [20] Alshehri M M, Ouladsmame M A, Aouak T A, Alothman Z A, Badjah Hadj Ahmed A Y. *Chemosphere*, **2022**, 304 (19): 135214–135222.
- [21] HJ 1242–2022. *Water Quality—Determination of 6 Phthalate Esters (PAEs)—Liquid Chromatography–Triple Quadrupole Mass Spectrometry. National Ecological and Environmental Standards of the People's Republic of China* (水质 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱–三重四极杆质谱法. 中华人民共和国国家生态环境标准).
- [22] Asghar A, Lutze H V, Tuerk J, Schmidt T C. *J. Hazard. Mater.*, **2022**, 429 (9): 128189–128213.
- [23] Li X H, Xiang L, Huang Y H, Mo C H, Li Y W, Li H, Cai Q Y. *Chin. J. Anal. Chem.* (李新洪, 向垒, 黄裕宏, 莫测辉, 李彦文, 李慧, 蔡全英. 分析化学), **2019**, 47 (11): 1842–1849.
- [24] Net S, Delmont A, Sempéré R, Paluselli A, Ouddane B. *Sci. Total Environ.*, **2015**, 515 (14): 162–180.
- [25] Dai P, Kaplan-Bekaroglu S S, Karanfil T. *Environ. Sci. Technol. Lett.*, **2025**, 12 (10): 1445–1450.
- [26] Ritacca A G, Malacaria L, Sicilia E, Furia E, Mazzone G. *J. Mol. Liq.*, **2022**, 355 (11): 118973–118979.
- [27] Zhang H J, Hu X J, Lin S B. *Chin. J. Anal. Chem.* (张海婧, 胡小键, 林少彬. 分析化学), **2014**, 42 (9): 1281–1287.

(责任编辑:)