

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/××.1—200×

固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

Solid waste-Extraction procedure for leaching toxicity-

Sulphuric acid & nitric acid method

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

国家环境保护总局

发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 定义和术语	1
4 浸出程序	1
5 质量保证	4
6 标准实施	5

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》，加强危险废物的污染防治，保护环境，保障人体健康，制定本标准。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准起草单位：中国环境科学研究院固体废物污染控制技术研究所。

本标准国家环境保护总局200×年××月××日批准。

本标准为首次发布，自200×年××月××日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

1 范围

本标准适用于固体废物及其再利用产物、土壤样品中有机物和无机物的浸出毒性鉴别，但不适用于氰化物的浸出毒性鉴别。

含有非水溶性液体的样品，不适用于本标准。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB5085.×	危险废物鉴别标准__浸出毒性鉴别
GB 6682	分析实验室用水规格和实验方法
HJ/××	危险废物鉴别技术规范

3 定义和术语

下列定义和术语适用于本标准。

3.1 浸出 leaching

可溶性的组分溶解后，通过扩散从固相进入液相的过程。

3.2 浸出毒性 leaching toxicity

固体废物遇水浸沥，浸出的有害物质迁移转化，污染环境，这种危害特性称为浸出毒性。

3.3 初始液相 initial liquid phase

明显存在液固两相的样品，在浸出步骤之前进行过滤所得到的液体。

4 浸出程序

4.1 仪器与材料

4.1.1 振荡设备：转速为 30 ± 2 r/min 的翻转式振荡装置。

4.1.2 提取容器

4.1.2.1 零顶空提取器 (Zero-Headspace Extraction Vessel, 以下简称 ZHE): 500~600ml, 用于样品中挥发性物质浸出的专用装置。(见附录 A)

4.1.2.2 提取瓶: 2L 具旋盖和内盖的广口瓶, 用于浸出样品中非挥发性物质。提取瓶应由不能浸出或吸收样品所含成分的情性材料制成。分析无机物时, 可使用玻璃瓶或聚乙烯 (PE) 瓶; 分析有机物时, 可使用玻璃瓶或聚四氟乙烯 (PTFE) 瓶。

4.1.3 过滤装置

4.1.3.1 零顶空提取器 (ZHE): 分析样品中的挥发性物质, 采用 ZHE 进行过滤。

4.1.3.2 真空过滤器或正压过滤器: 容积 1L。

4.1.3.3 滤膜: 玻纤滤膜或微孔滤膜, 孔径 0.6~0.8 μm 。

4.1.4 pH 计: 在 25℃ 时, 精度为 $\pm 0.05\text{pH}$ 。

4.1.5 ZHE 浸出液采集装置: 使用 ZHE 装置时, 采用玻璃、不锈钢或 PTFE 制作的 500ml 注射器采集初始液相或最终的浸出液。

4.1.6 ZHE 浸提剂转移装置: 可以使用任何不改变浸提剂性质的导入设备, 包括蠕动泵、注射器、正压过滤器或其它 ZHE 装置。

4.1.7 实验天平: 精度为 $\pm 0.01\text{g}$ 。

4.1.8 烧杯或锥形瓶: 玻璃, 500ml。

4.1.9 表面皿: 直径可盖住烧杯或锥形瓶。

4.1.10 筛: 涂 Teflon 的筛网, 孔径 9.5mm。

4.2 试剂

4.2.1 试剂水: 使用 GB6682 定义的二级水制备分析非挥发性物质的浸提剂; 使用纯水系统制取的水制备分析挥发性物质的浸提剂。

4.2.2 浓硫酸: 优级纯。

4.2.3 浓硝酸: 优级纯。

4.2.4 浸提剂

4.2.4.1 浸提剂 1#：将质量比为 2：1 的浓硫酸和浓硝酸混合液加入到试剂水中，使 pH 为 3.20 ± 0.05 。该浸提剂用于测定样品中重金属和半挥发性有机物的浸出毒性。

4.2.4.2 浸提剂 2#：试剂水，用于测定氰化物和挥发性物质的浸出毒性。

4.3 样品的采集、保存和处理

4.3.1 应按照 HJ/×× 采集样品。

4.3.2 样品应冷藏保存，冷藏使样品性质发生不可逆改变的除外。

4.3.3 测定样品的挥发性成分时，在样品的采集和贮存过程中应以适当的方式防止挥发性物质的损失。测定浸出液的金属成分时，在贮存浸出液之前应用硝酸酸化至 $\text{pH}<2$ 。测定浸出液的有机成分时，浸出液在贮存过程中不能接触空气，即零顶空。

4.4 浸出步骤

4.4.1 含水率测定

称取 50 ~ 100g 样品置于具盖容器中，于 105℃ 下烘干，恒重至两次称量值的误差小于 $\pm 1\%$ ，计算样品含水率。

样品中含有初始液相时，应将样品进行压力过滤，再测定滤渣的含水率，并根据总样品量（初始液相与滤渣重量之和）计算样品中的干固体百分率。

进行含水率测定后的样品，不得用于浸出毒性试验。

4.4.2 样品破碎

样品颗粒应可以通过 9.5mm 孔径的标准筛，对于粒径大的颗粒可通过破碎、切割或碾磨降低粒径。

为避免待测成分损失，测定样品中挥发性有机物时，应使用刻度尺测量粒径；样品和所用工具应进行冷却，并尽量避免将样品暴露在空气中。

4.4.3 非挥发性物质的浸出步骤

4.4.3.1 如果样品中含有初始液相，应用压力过滤器（4.1.3.2）和滤膜（4.1.3.3）对样品过滤。干固体百分率小于或等于 9% 的，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干

固体百分率大于 9%的，将滤渣按 4.4.3.2 浸出，初始液相与浸出液混合后进行分析。

4.4.3.2 称取 150~200g 样品，置于 2L 提取瓶（4.1.2.2）中，根据样品的含水率，按液固比为 10:1（L/kg）计算出所需浸提剂的体积，加入浸提剂，盖紧瓶盖后固定在翻转式振荡装置（4.1.1）上，调节转速为 30 ± 2 r/min，于 23 ± 2 ℃ 下振荡 18 ± 2 h。在振荡过程中有气体产生时，应定时打开提取瓶，释放过度的压力。

4.4.3.3 在压力过滤器（4.1.3.2）上装好滤膜（4.1.3.3），用稀硝酸淋洗过滤器和滤膜，弃掉淋洗液，过滤并收集浸出液，于 4 ℃ 下保存。

4.4.3.4 用于金属分析的浸出液应消解，消解会造成待测金属损失的除外。

4.4.4 挥发性物质的浸出步骤

4.4.4.1 将样品冷却至 4 ℃，称取干基质量为 40~50g 的样品，快速转入 ZHE（4.1.3.1）。安装好 ZHE，缓慢加压以排除顶空。

4.4.4.2 样品含有初始液相时，将浸出液采集装置（4.1.5）与 ZHE 连接，缓慢升压至不再有滤液流出，收集初始液相，冷藏保存。

4.4.4.3 如果样品中干固体百分率小于或等于 9%，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于总样品量 9%的，继续进行以下浸出步骤，初始液相与浸出液混合后进行分析。

4.4.4.4 根据样品的含水率，按液固比为 10:1（L/kg）计算出所需浸提剂的体积，用浸提剂转移装置（4.1.6）加入浸提剂，安装好 ZHE，缓慢加压以排除顶空。关闭所有阀门。

4.4.4.5 将 ZHE 固定在翻转式振荡装置（4.1.1）上，调节转速为 30 ± 2 r/min，于 23 ± 2 ℃ 下振荡 18 ± 2 h。振荡停止后取下 ZHE，检查装置是否漏气（如果 ZHE 装置漏气，应重新取样进行浸出），用收集有初始液相的同一个浸出液采集装置（4.1.5）收集浸出液，冷藏保存待分析。

5 质量保证

5.1 每做 20 个样至少做一个浸出空白。

5.2 每批样品至少做一个加标回收样品。

5.3 样品浸出实验应在表 1 中所规定的时间内完成。

表 1 样品的最长保留时间

单位：日

物质类别	从野外采集到浸出	从浸出到预处理	从预处理到定量分析	总实验周期
挥发性物质	14	-	14	28
半挥发性物质	14	7	40	61
汞	28	-	28	56
汞以外的金属	180	-	180	360

6 标准实施

本标准由县级以上人民政府环境保护行政主管部门负责监督实施。

附录 A
(资料性附录)
零顶空提取器示意图

