

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/××.2—200×

固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

Solid waste-Extraction procedure for leaching toxicity-

Acetic acid buffer solution 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 术语和定义.....	1
4 浸出程序.....	1
5 质量保证.....	5
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 醋酸缓冲溶液法

1 范围

本标准适用于固体废物及其再利用产物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，不适应于本标准。

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 $30 \pm 2\text{r/min}$ 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, 用于浸出样品中的挥发性物质。(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废物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 $\geq 1\text{L}$ 。

4.1.3.3 滤膜: 玻纤滤膜或微孔滤膜, 孔径 $0.6 \sim 0.8\mu\text{m}$ 。

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。

4.1.11 磁力搅拌器。

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 盐酸 (1M): 优级纯。

4.2.3 硝酸 (1M): 优级纯。

4.2.4 氢氧化钠 (1M): 优级纯。

4.2.5 冰醋酸: 优级纯。

4.2.6 浸提剂

4.2.6.1 浸提剂 1#: 加 5.7ml 冰醋酸至 500ml 试剂水中, 加 64.3ml 1M 氢氧化钠, 稀释至 1L。配制后溶液的 pH 值应为 4.93 ± 0.05 。

4.2.6.2 浸提剂 2#: 用试剂水稀释 5.7ml 的冰醋酸至 1L。配制后溶液的 pH 值应为 2.88 ± 0.05 。

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 确定使用的浸提剂

取 5.0g 样品至 500ml 烧杯或锥形瓶中，加入 96.5mL 试剂水，盖上表面皿，用磁力搅拌器猛烈搅拌 5min，测定 pH，如果 $\text{pH} < 5.0$ ，用浸提剂 1#；如果 $\text{pH} > 5.0$ ，加 3.5ml 1M 盐酸，盖上表面皿，加热至 50℃，并在此温度下保持 10min。将溶液冷却至室温，测定 pH，如果 $\text{pH} < 5.0$ ，用浸提剂 1#；如果 $\text{pH} > 5.0$ ，用浸提剂 2#。对于挥发性物质的浸出只用浸提剂 1#。

4.4.4 非挥发性物质的浸出步骤

4.4.4.1 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 4.4.4.2 浸出，初始液相与浸出液合并后进行分析。

4.4.4.2 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 $30 \pm 2 \text{ r/min}$ ，于 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 下振荡 $18 \pm 2 \text{ h}$ 。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。

4.4.4.3 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。

4.4.4.4 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。

4.4.5 挥发性物质的浸出步骤

4.4.5.1 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。

4.4.5.2 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。

4.4.5.3 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。

4.4.5.4 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。

4.4.5.5 将 ZHE 固定在翻转式振荡装置（4.1.1）上，调节转速为 $30 \pm 2\text{r/min}$ ，于 23 ± 2 下振荡 $18 \pm 2\text{h}$ 。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

