

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T299-2007

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

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。

2007-04-13 发布

2007-05-01 实施

国家环境保护总局

发布

目 次

前 言	II
1 适用范围	1
2 术语和定义	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器设备	2
6 样品的保存和处理	3
7 浸出步骤	3
8 质量保证	4
9 标准实施	5
附录 A（参考性附录） 零顶空提取器（ZHE）示意图	6

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。

本标准规定了固体废物的浸出毒性浸出程序及其质量保证措施。

本标准为指导性标准。

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2007年04月13日批准。

本标准自2007年5月1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 适用范围

本标准规定了固体废物浸出毒性的浸出程序及其质量保证措施。

本标准适用于固体废物及其再利用产物、以及土壤样品中有机物和无机物的浸出毒性鉴别。含有非水溶性液体的样品，不适用于本标准。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1 浸出 leaching

可溶性的组分溶解后，从固相进入液相的过程。

2.2 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。

2.3 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。

3 原理

本方法以硝酸/硫酸混合溶液为浸提剂，模拟废物在不规范填埋处置、堆存、或经无害化处理后废物的土地利用时，其中的有害组分在酸性降水的影响下，从废物中浸出而进入环境的过程。

4 试剂

4.1 试剂水：使用符合待测物分析方法标准中所要求的纯水。

4.2 浓硫酸：优级纯。

4.3 浓硝酸：优级纯。

4.4 1%硝酸溶液。

4.5 浸提剂

4.5.1 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 (1L 水约 2 滴混合液) 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。

4.5.2 浸提剂 2[#]: 试剂水, 用于测定氰化物和挥发性有机物的浸出毒性。

5 仪器设备

5.1 振荡设备: 转速为 $30 \pm 2 \text{r/min}$ 的翻转式振荡装置。

5.2 提取容器

5.2.1 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。

5.2.2 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和半挥发性物质。提取瓶应由不能浸出或吸收样品所含成分的惰性材料制成。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。

5.3 过滤装置

5.3.1 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。

5.3.2 真空过滤器或正压过滤器: 容积 $\geq 1\text{L}$ 。

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

5.4 pH 计: 在 25°C 时, 精度为 $\pm 0.05\text{pH}$ 。

5.5 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。

5.6 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。

5.7 实验天平: 精度为 $\pm 0.01\text{g}$ 。

5.8 烧杯或锥形瓶: 玻璃, 500ml。

5.9 表面皿：直径可盖住烧杯或锥形瓶。

5.10 筛：涂 Teflon 的筛网，孔径 9.5mm。

6 样品的保存和处理

6.1 除非冷藏会使样品性质发生不可逆改变，样品应于 4°C 冷藏保存。

6.2 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。用于金属分析的浸出液在贮存之前应用硝酸酸化至 $\text{pH}<2$ ；用于有机成分分析的浸出液在贮存过程中不能接触空气，即零顶空保存。

7 浸出步骤

7.1 含水率测定

称取 50-100g 样品置于具盖容器中，于 105°C 下烘干，恒重至两次称量值的误差小于 ±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。

7.2 样品破碎

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

测定样品中挥发性有机物时，为避免过筛时待测成分有损失，应使用刻度尺测量粒径；样品和降低粒径所用工具应进行冷却，并尽量避免将样品暴露在空气中。

7.3 挥发性有机物的浸出步骤

7.3.1 将样品冷却至 4°C，称取干基质量为 40-50g 的样品，快速转入 ZHE（5.3.1）。安装好 ZHE，缓慢加压以排除顶空。

7.3.2 样品含有初始液相时，将浸出液采集装置（5.5）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。

7.3.3 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，并将所得到的浸出液与初始液相混合后进行分析。

7.3.4 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 (5.6) 加入浸提剂 2[#]，安装好 ZHE，缓慢加压以排除顶空。关闭所有阀门。

7.3.5 将 ZHE 固定在翻转式振荡装置 (5.1) 上，调节转速为 $30 \pm 2 \text{ r/min}$ ，于 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 下振荡 $18 \pm 2 \text{ h}$ 。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 (5.5) 收集浸出液，冷藏保存待分析。

7.4 除挥发性有机物外的其他物质的浸出步骤

7.4.1 如果样品中含有初始液相，应用压力过滤器 (5.3.2) 和滤膜 (5.3.3) 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 95 的，将滤渣按 7.4.2 浸出，初始液相与浸出液混合后进行分析。

7.4.2 称取 150-200g 样品，置于 2L 提取瓶 (5.2.2) 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 1[#]，盖紧瓶盖后固定在翻转式振荡装置 (5.1) 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，应定时在通风橱中打开提取瓶，释放过度的压力。

7.4.3 在压力过滤器 (5.3.2) 上装好滤膜 (5.3.3)，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°C 下保存。

7.4.4 除非消解会造成待测金属的损失，用于金属分析的浸出液应按分析方法的要求进行消解。

8 质量保证

8.1 分析仪器应经过国家计量认证，并在有效期内使用。

8.2 每做 20 个样或每批样品（样品量少于 20 个时）至少做一个浸出空白。将浸提剂按照 7.3.4-7.3.5 或 7.4.2-7.4.3 步骤进行浸提分析。

8.3 每批样品至少做一个加标回收样品。取过筛后的待测样品，分成相同的两份。向其中

一份中加入已知量的待测物质，按照 7.3 或 7.4 规定步骤进行浸提分析，计算待测物的百分回收。

8.4 样品浸出实验应在表 1 中所规定的时间内完成。

表 1 样品的最大保留时间

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

9 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（参考性附录） 零顶空提取器（ZHE）示意图

