

# HJ

## 中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 299 — 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

2007 - 04 - 13 发布

2007 - 05 - 01 实施

---

国家环境保护总局 发布

# 国家环境保护总局 公 告

2007 年 第 32 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，促进科技进步，提高环境管理水平，现批准《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》等三项标准为国家环境保护行业标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法 (HJ/T 299—2007)
- 二、固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法 (HJ/T 300—2007)
- 三、铬渣污染治理环境保护技术规范 (暂行) (HJ/T 301—2007)

以上标准为指导性标准，自 2007 年 5 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在国家环保总局网站([www.sepa.gov.cn/tech/hjbz/bzwb](http://www.sepa.gov.cn/tech/hjbz/bzwb))查询。

特此公告。

2007 年 4 月 13 日



## 目 次

前言 .....	iv
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 .....	1
6 样品的保存和处理 .....	2
7 浸出步骤 .....	2
8 质量保证 .....	3
9 标准实施 .....	3
附录 A (参考性附录) 零顶空提取器 (ZHE) 示意图 .....	4

## 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浸出毒性的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 4 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 硫酸  $\rho$  ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )：= 1.84 g/ml，优级纯。

4.3 硝酸： $\rho$  ( $\text{HNO}_3$ ) = 1.42 g/ml，优级纯。

4.4 1%硝酸溶液：由浓硝酸（4.3）稀释配制。

### 4.5 浸提剂

4.5.1 浸提剂 1<sup>#</sup>：将质量比为 2:1 的浓硫酸和浓硝酸混合液加入到试剂水（1 L 水约 2 滴混合液）中，使 pH 值为  $3.20 \pm 0.05$ 。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<sup>#</sup>：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  $(30 \pm 2)$  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，简称 ZHE）：500 ~ 600 ml，用于样品中挥发性物质浸出的专用装置。

5.2.2 提取瓶：2 L 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  $\geq 1$  L。
- 5.3.3 滤膜: 玻纤滤膜或微孔滤膜, 孔径  $0.6 \sim 0.8 \mu\text{m}$ 。
- 5.4 pH 计: 在  $25^\circ\text{C}$  时, pH 精度为  $\pm 0.05$ 。
- 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 500 ml 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、正压过滤器或其他 ZHE 装置。
- 5.7 实验天平: 精度为  $\pm 0.01$  g。
- 5.8 烧杯或锥形瓶: 玻璃, 500 ml。
- 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 9.5 mm。

## 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  $4^\circ\text{C}$  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 pH 值小于 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 ~ 100 g 样品置于具盖容器中, 于  $105^\circ\text{C}$  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。

### 7.2 样品破碎

样品颗粒应可以通过 9.5 mm 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  $4^\circ\text{C}$ , 称取干基质量为 40 ~ 50 g 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  $(30 \pm 2)$  r/min, 于  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  下振荡  $(18 \pm 2)$  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 (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9%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150~200 g样品，置于2 L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 $(30 \pm 2)$  r/min，于 $(23 \pm 2)$ ℃下振荡 $(18 \pm 2)$  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℃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：d

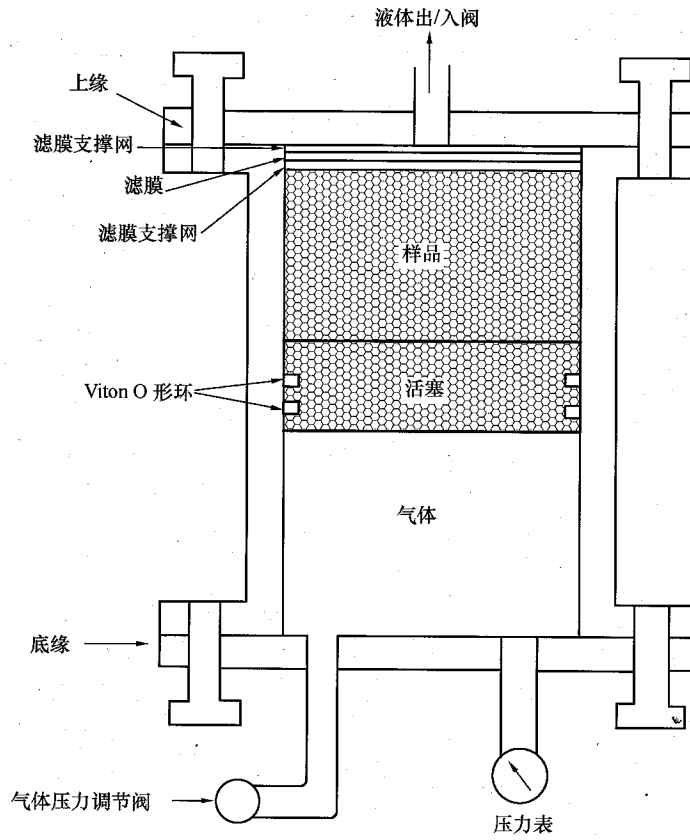
物质类别	从野外采集到浸出	从浸出到预处理	从预处理到定量分析	总实验周期
挥发性物质	14	—	14	28
半挥发性物质	14	7	40	61
汞	28	—	28	56
汞以外的金属	180	—	180	360

### 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



中华人民共和国环境保护  
行业标准  
固体废物 浸出毒性浸出方法  
硫酸硝酸法

HJ/T 299 — 2007

\*

中国环境科学出版社出版发行  
(100062 北京崇文区广渠门内大街 16 号)

网址: <http://www.cesp.cn>

电子信箱: [bianji4@cesp.cn](mailto:bianji4@cesp.cn)

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权专有 违者必究

\*

2007 年 7 月第 1 版 开本 880 × 1230 1/16

2007 年 7 月第 1 次印刷 印张 0.75

字数 30 千字

统一书号: 1380209·107

定价: 10.00 元



HJ/T299-2007