



固体废物毒性浸出方法

赵胤

环境服务部技术支持组 (Technical Support Team)

2014. 2. 19

WHEN YOU NEED TO BE SURE

SGS

浸出方法	适用标准
HJ/T 299 硫酸硝酸法	危险废物浸出毒性鉴别标准(GB 5085.3-2007)
HJ/T 300 醋酸缓冲溶液法	生活垃圾填埋场污染控制标准 (GB 16889-2008)
USEPA 1311 TCLP	美国危险废物鉴别标准中规定的毒性浸出方法
HJ 557 水平振荡法 G5086.1 翻转振荡法	客户需求, 实验室目前不常做



方法介绍

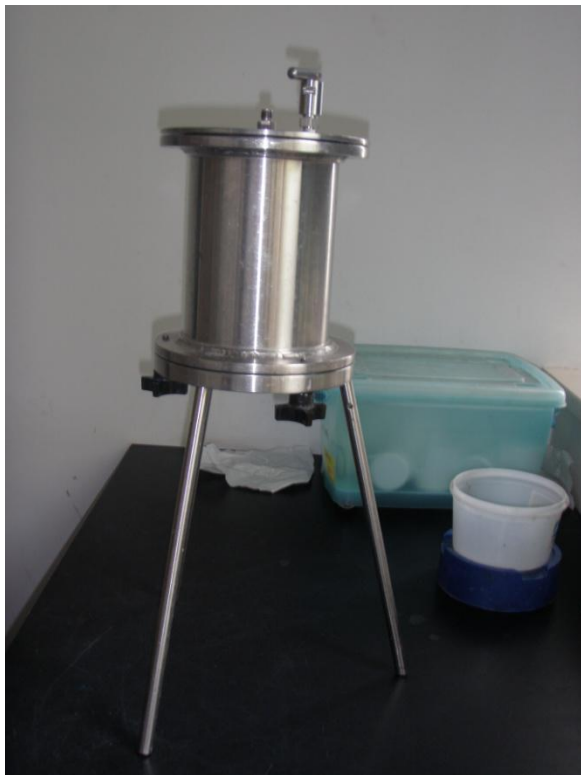
浸出方法	浸提剂	液固比	干固体含量	备注
HJ/T 299 硫酸硝酸法	<ul style="list-style-type: none"> ✓pH为3.20的硫酸硝酸(2:1)溶液 ✓水 	10: 1	干固体含量≤ 9%，初始滤液即样品的浸出液	不适用于含有非水溶性液体的样品
HJ/T 300 醋酸缓冲溶液法	<ul style="list-style-type: none"> ✓pH为4.93的冰醋酸溶液 ✓pH为2.64的冰醋酸溶液 	20: 1	干固体含量< 5%，初始滤液即样品的浸出液	不适用于含有非水溶性液体的样品
USEPA 1311 TCLP	<ul style="list-style-type: none"> ✓pH为4.93的冰醋酸溶液 ✓pH为2.88的冰醋酸溶液 	20: 1	干固体含量< 0.5%，初始滤液即样品的浸出液	

HJ/T 299 硫酸硝酸法

操作步骤

- 预实验(用过的样品不可用于后续试验)
- 样品含水率测定
 - ✓ 固体（如土壤、矿渣）：105°C烘干
 - ✓ 液相或多相（如污泥）：压力过滤（**高压过滤器**），滤渣105°C烘干

高压过滤器使用方法



1、安装好高压过滤器。滤纸在不锈钢片上面，直接与样品接触。

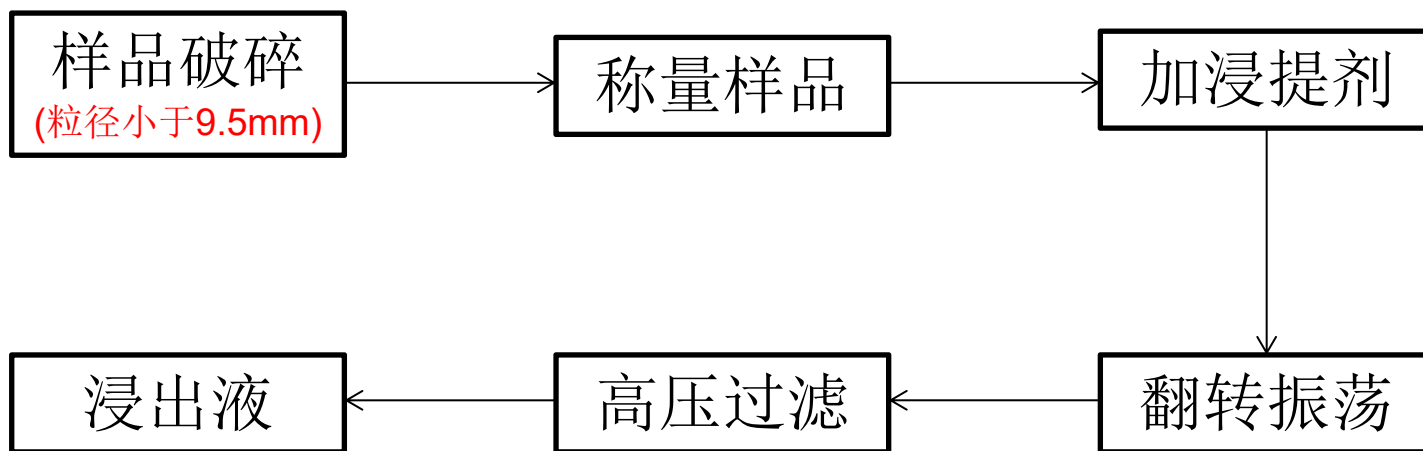
2、从顶部通入氮气，缓慢加压（1~10psi）。若在此期间气体通过滤膜，则过滤结束。若在10psi下无气体通过或者连续两分钟无液体滤出，则以10psi为单位往上加压。

3、若在20、30、40psi压力下无气体通过滤膜或连续两分钟无液体滤出，加压到50psi。若在此期间气体通过滤膜，则过滤结束。

4、若在50psi下连续两分钟无液体滤出，则过滤结束。

金属和SVOC项目

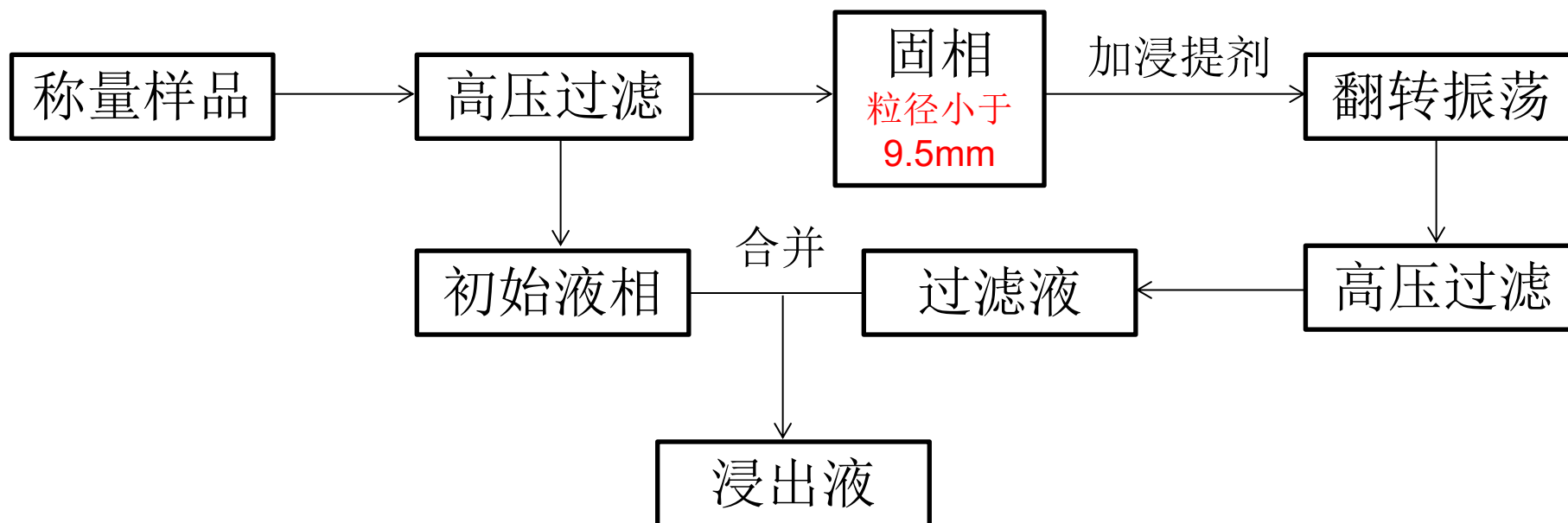
固体：



加入浸提剂的量=10 ×样品量×样品的干固体百分率

金属和SVOC项目

液相或多相:



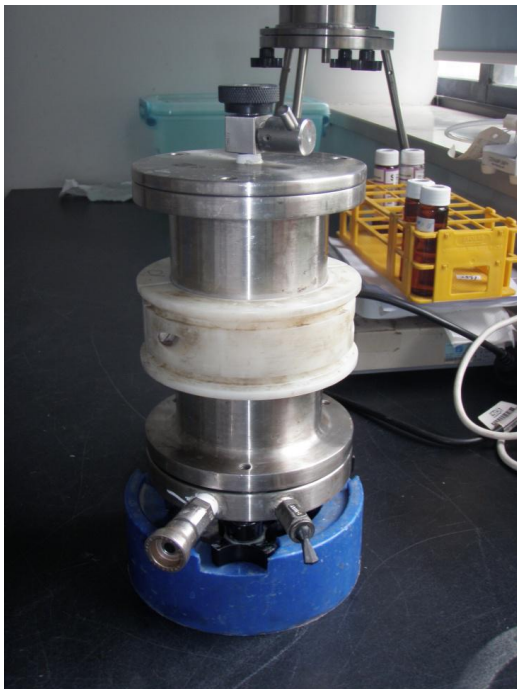
- ✓若样品的干固体百分率 $\leq 9\%$ ，初始滤液相即为样品的浸出液。
- ✓加入浸提剂的量 $= 10 \times$ 样品量 \times 样品的干固体百分率

■ 仪器：零顶空提取器

■ 注意事项

- ✓ 样品颗粒应小于9.5mm，样品从冷库中取出后应尽快进行试验
- ✓ 若样品的干固体含量 $\leq 9\%$ ，取适量样品，保证其浸出液满足分析需求即可
- ✓ 若样品的干固体含量 $> 9\%$ ，称量的样品量应该为（50/样品的干固体含量）

VOC项目操作步骤



1、安装零顶空提取器

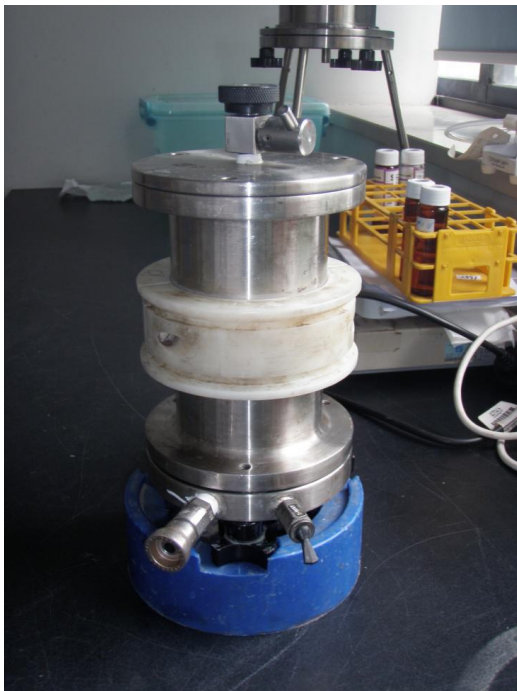
活塞与顶部之间的体积应略大于样品的体积。注意滤纸是安装在顶部，夹在两片不锈钢片中间。

2、排除顶空

- I. 样品为固体：打开顶部液体阀，从底部通入氮气，缓慢加压至50psi，关闭顶部阀门并中断压力。
- II. 样品含有液体：打开顶部液体阀，从底部通入氮气，施加5~10psi的压力，待有液体出现在顶部时，迅速关闭阀门并中断压力。



VOC项目操作步骤



3、收集初始滤液（样品若为固体，跳过此步）

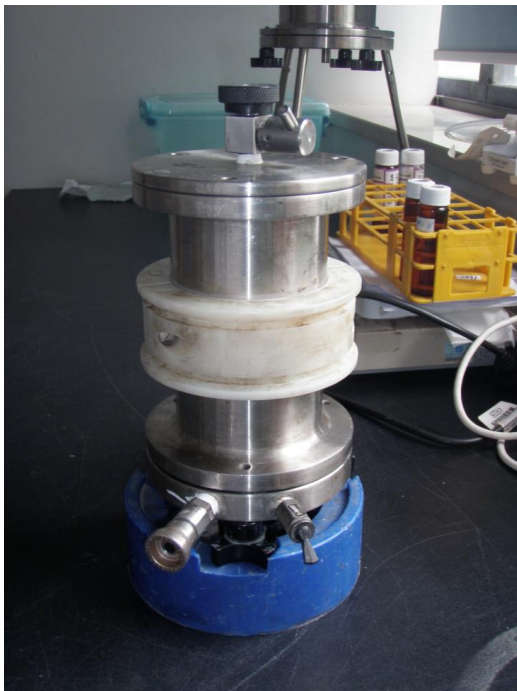
将液体收集器和顶部阀门连接好，打开顶部阀门，重新向底层施加10psi的压力。当连续两分钟无液体流出时，以10psi为单位加压，如此直至50psi。在50psi下连续两分钟无液体流出时，关闭阀门并中断压力，移走液体收集器。

若样品的干固体百分率 $\leq 9\%$ ，初始滤液相即为样品的浸出液。

4、加入浸提液（**L:S=10:1**）

将充满浸提液的管线与顶部阀门连接好，打开底部排气阀和顶部液体阀，导入规定体积的浸提液后关闭各个阀门。手动摇晃两三次提取器，放好。排除顶空。





5、翻转振荡

振荡前应向底部施加5~10psi的压力，振荡结束后检查压力是否变小，如果变小表明有漏气，应另取样品重新试验。

6、收集滤液

方法与第三步收集初始滤液方法相同，两者用同一液体收集器。

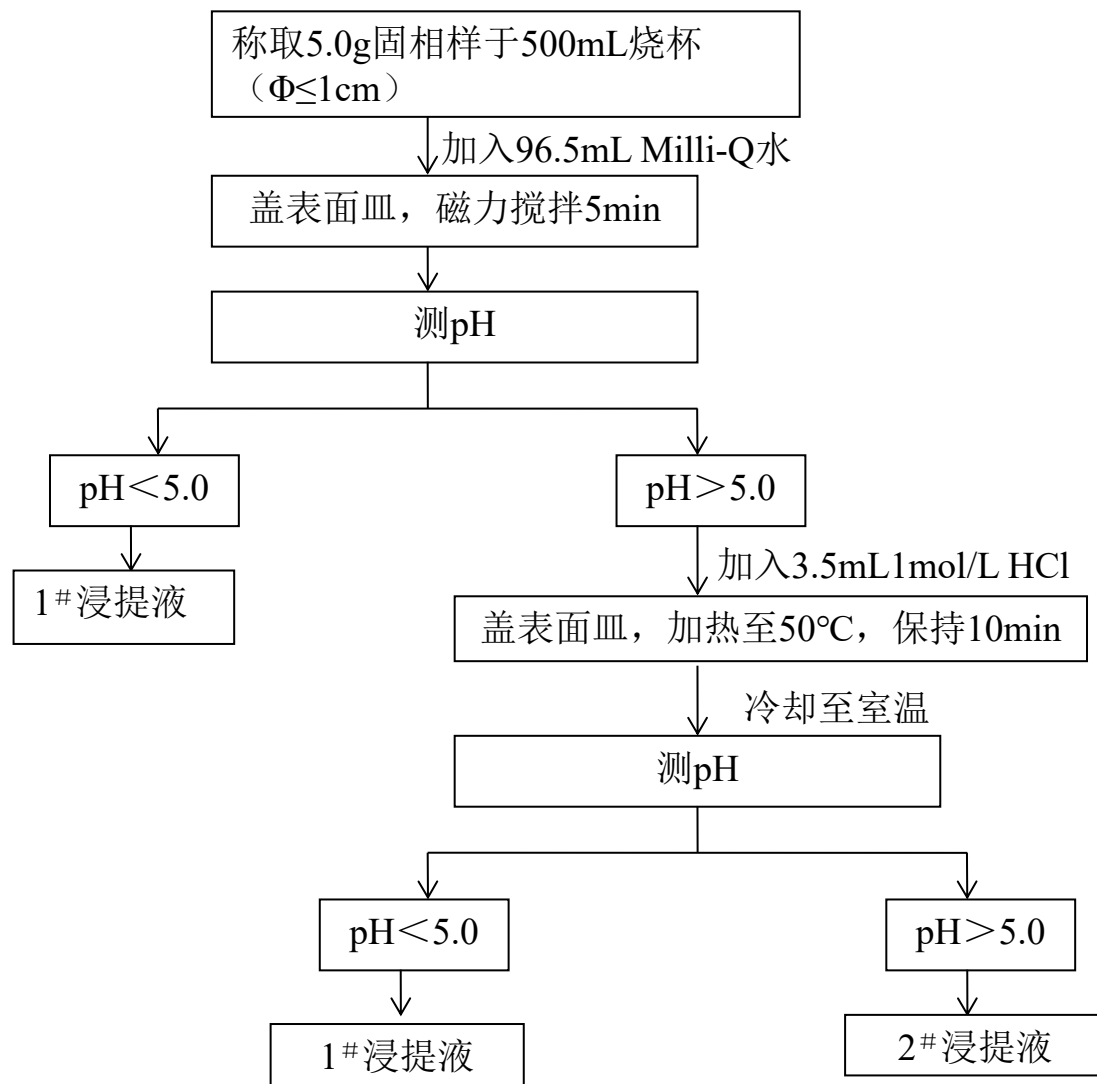


HJ/T 300 醋酸缓冲溶液法

操作步骤

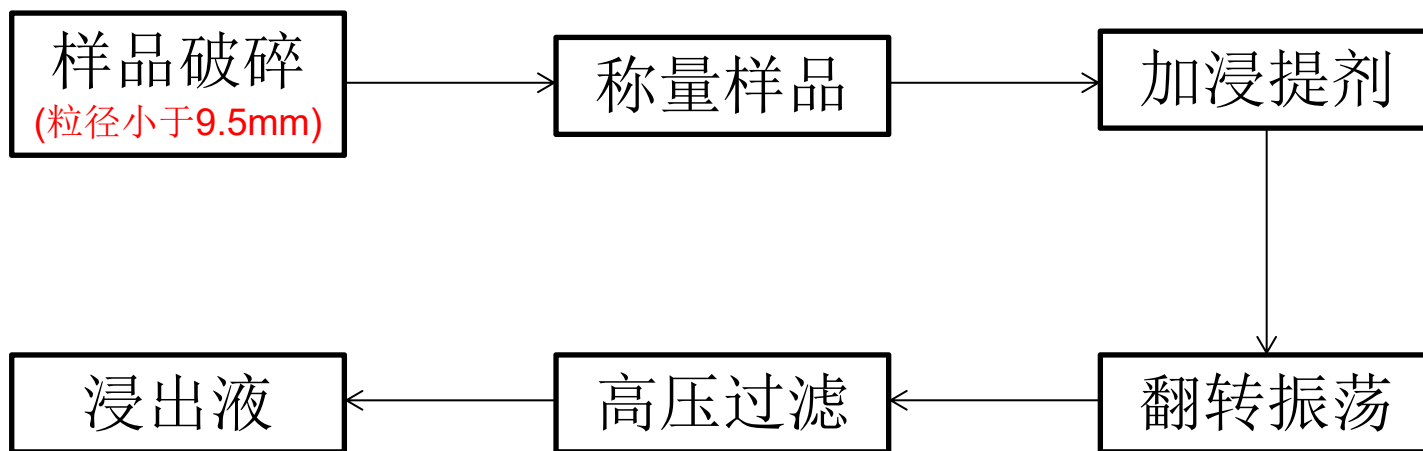
- 预实验（用过的样品不可用于后续试验）
- 样品含水率测定
 - ✓ 固体（如土壤、矿渣）：105°C烘干
 - ✓ 液相或多相（如污泥）：压力过滤（**高压过滤器**），滤渣105°C烘干
- 选择浸提液（**VOC**项目无须此步骤，用**1#**浸提液）
 - ✓ 固体：称5.0g
 - ✓ 液体或多相：滤渣称5.0g
 - ✓ 样品颗粒应小于9.5mm

浸提液选择步骤



金属和SVOC项目

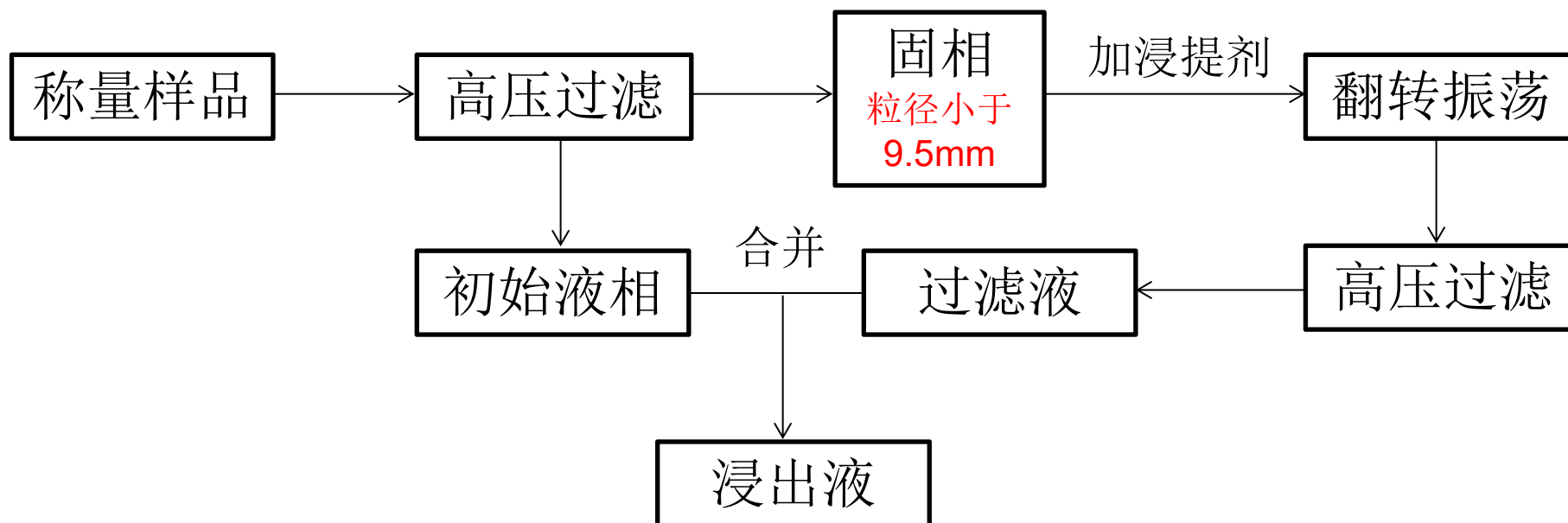
固体：



加入浸提剂的量=20 ×样品量×样品的干固体百分率

金属和SVOC项目

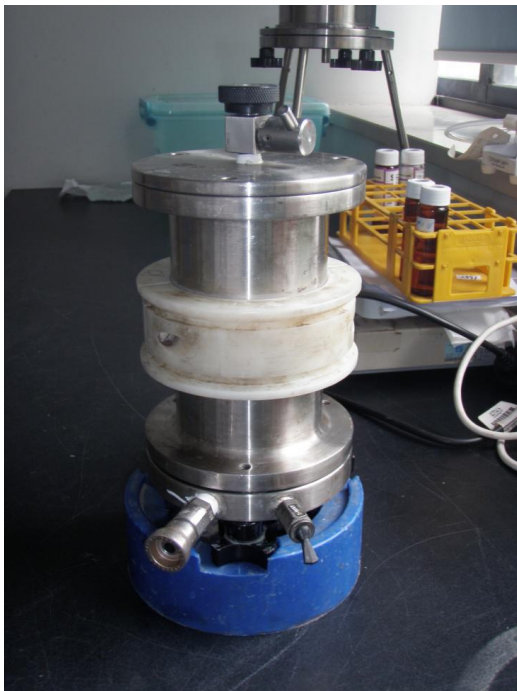
液相或多相:



- ✓若样品的干固体百分率<5%，初始滤液相即为样品的浸出液。
- ✓加入浸提剂的量=20 ×样品量×样品的干固体百分率

- 仪器：零顶空提取器
- 操作步骤同HJ/T 299
- 注意事项
 - ✓ 样品颗粒应小于9.5mm，样品从冷库中取出后应尽快进行试验
 - ✓ 若样品的干固体含量<5%，取适量样品，保证其浸出液满足分析需求即可
 - ✓ 若样品的干固体含量≥5%，称量的样品量应该为（25/样品的干固体含量）

VOC项目操作步骤



1、安装零顶空提取器

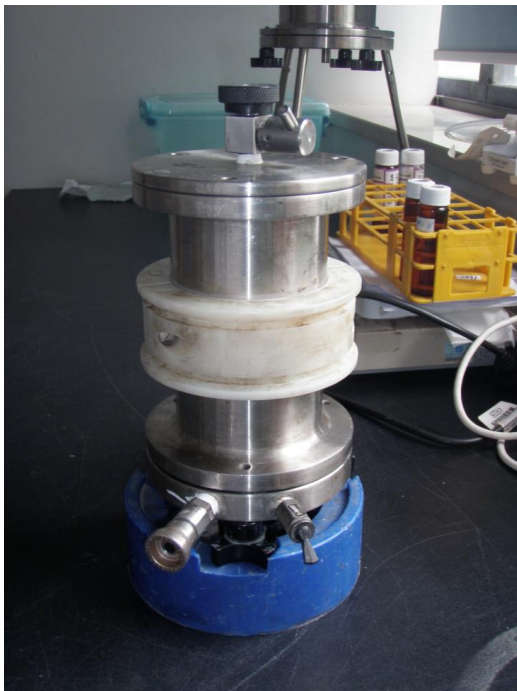
活塞与顶部之间的体积应略大于样品的体积。注意滤纸是安装在顶部，夹在两片不锈钢片中间。

2、排除顶空

- I. 样品为固体：打开顶部液体阀，从底部通入氮气，缓慢加压至50psi，关闭顶部阀门并中断压力。
- II. 样品含有液体：打开顶部液体阀，从底部通入氮气，施加5~10psi的压力，待有液体出现在顶部时，迅速关闭阀门并中断压力。



VOC项目操作步骤



3、收集初始滤液（样品若为固体，跳过此步）

将液体收集器和顶部阀门连接好，打开顶部阀门，重新向底层施加10psi的压力。当连续两分钟无液体流出时，以10psi为单位加压，如此直至50psi。在50psi下连续两分钟无液体流出时，关闭阀门并中断压力，移走液体收集器。

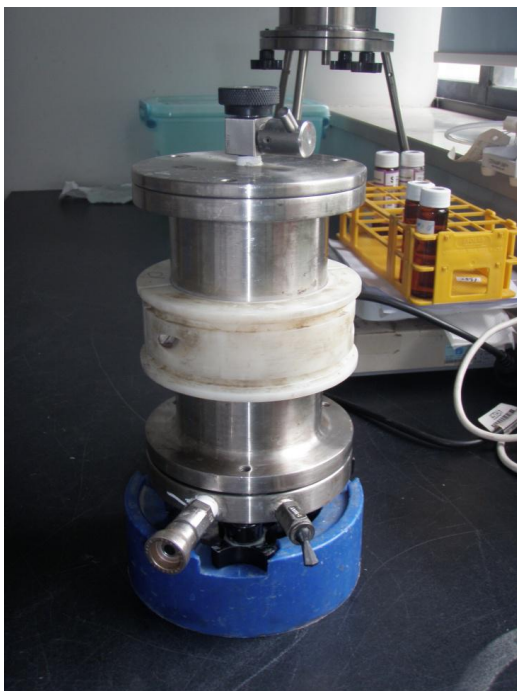
若样品的干固体百分率<5%，初始滤液相即为样品的浸出液。

4、加入浸提液（L:S=20:1）

将充满浸提液的管线与顶部阀门连接好，打开底部排气阀和顶部液体阀，导入规定体积的浸提液后关闭各个阀门。手动摇晃两三次提取器，放好。排除顶空。



VOC项目操作步骤



5、翻转振荡

振荡前应向底部施加5~10psi的压力，振荡结束后检查压力是否变小，如果变小表明有漏气，应另取样品重新试验。

6、收集滤液

方法与第三步收集初始滤液方法相同，两者用同一液体收集器。



SGS

USEPA 1311----TCLP

■ 预试验

- 1、固体含量测试
- 2、干固体含量测试
- 3、样品破碎
- 4、浸提液选择

■ 非挥发性成分的浸出

■ 挥发性成分的浸出

预试验

固体样品：

- 固体含量测试（不需要）----固体含量为100%
- 干固体含量测试（不需要）----干固体含量为100%
- 样品破碎----粒径小于9.5mm（目测）
- 浸提液选择（针对金属及SVOC项目）

液相或多相样品：

- 固体含量测试
 - ✓ 100g样品，高压过滤
 - ✓ 固体含量%=100% × (样品量 - 液相重量)/样品量
 - 难沉降样品，如淤泥

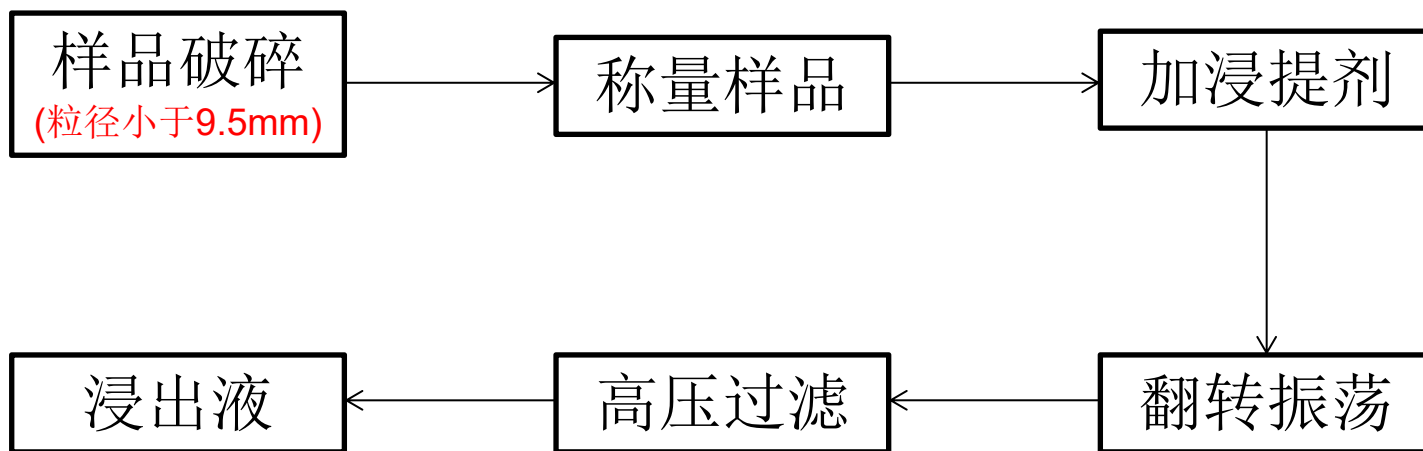
- 干固体含量测试（前提：滤膜吸收的液体明显影响含固量测定）
 - ✓ 105 °C烘干

- 样品破碎----粒径小于9.5mm（目测）

- 浸提液选择（针对金属和SVOC项目）
 - ✓ 称5.0g压滤后的固体

金属和SVOC项目

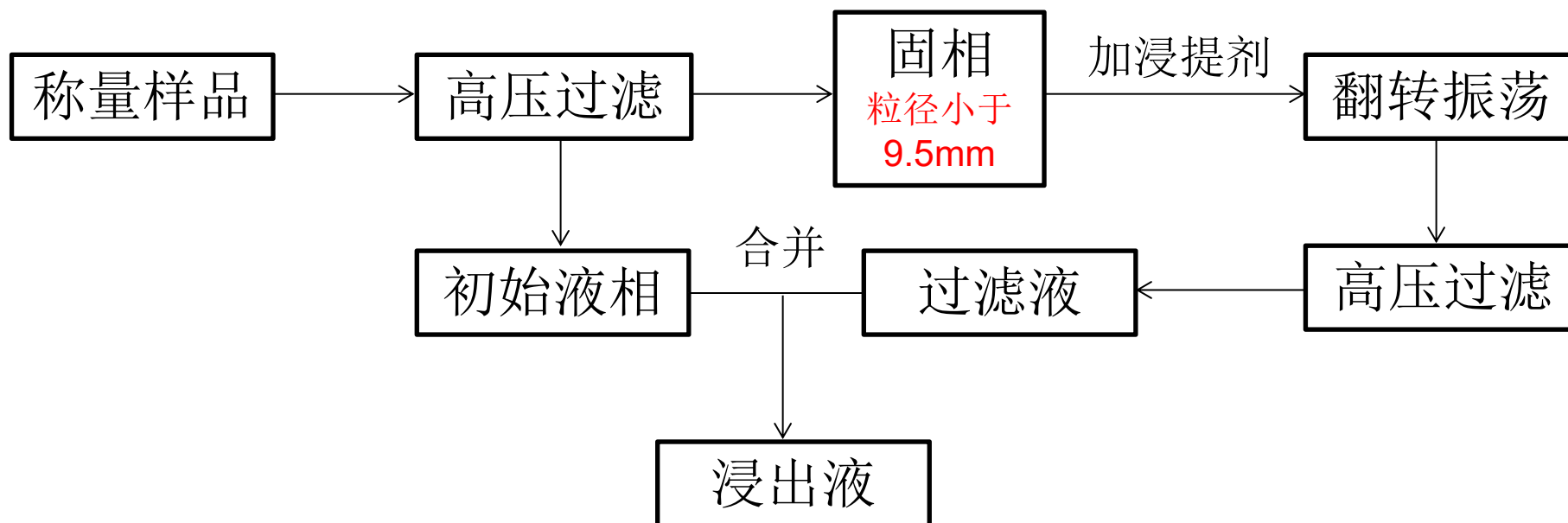
固体：



加入浸提剂的量=20 ×样品量×样品的固体百分率

金属和SVOC项目

液相或多相:



- ✓若样品的干固体百分率<0.5%，初始滤液相即为样品的浸出液。
- ✓加入浸提剂的量=20 ×样品量×样品的固体百分率

VOC项目的浸出

■ 称量样品量

✓ 样品为明显固相：25g

✓ 样品为多相：

((1))样品固体含量 $<5\%$ ，称500g样品

((2))样品固体含量 $\geq 5\%$ ，样品量(g)为 $25/\text{固体含量}$ 。

■ 浸出步骤按照HJ/T 300的步骤进行操作。

✓ 若样品的干固体百分率 $<0.5\%$ ，初始滤液相即为样品的浸出液。



质量控制

■ 无机原始记录表



Microsoft Office
el 97-2003 Worksh

USEPA 1311质控

- 同一个浸提器每20次浸出要做一个方法空白（MB）。
- 每一批至少做一个基质加标。每一种类型的固废做一个基质加标。
- ✓ 基质加标应在浸出液中进行，不应在样品浸出前加标。
- ✓ 加标浓度为法规规定的限值浓度，加标体积小于0.5%。若待测物浓度小于限值的二分之一时，则加标浓度可低至待测物浓度的二分之一，但不得小于五倍的方法检出限。
- 分析过程中需遵守分析方法中的质量控制要求。

HJ/T 299 & HJ/T 300 质控

- 每20个样品或每批样品（样品量小于20个）至少做一个浸出空白。
- 每批样品至少做一个加标回收。
- ✓ 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，浸提、分析，计算待测物的回收率。
- 分析过程中需遵守分析方法中的质量控制要求。

SGS

谢谢!