



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 43363—2023

## 废弃化学品中铜、锌、镉、铅、铬等 12 种 元素形态分布的测定 连续提取法

Determination for speciation of 12 elements such as copper, zinc, cadmium,  
lead and chromium in waste chemicals—Sequential extraction procedure

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会



# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本文件起草单位：同济大学、上海赛翠克环保科技有限公司、上海市环境工程设计科学研究院有限公司、深圳市环保科技集团股份有限公司、广州市环境保护技术有限公司、中集安瑞环科技股份有限公司、耶拿分析仪器(上海)有限公司、北海锂能新材料科技有限公司、安徽大学绿色产业创新研究院、重庆新申世纪新材料科技有限公司、华东师范大学、四川省绵阳市华意达化工有限公司、上海复洁环保科技有限公司、浙江水知音检测有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：张冰如、王君、张瑞娜、温炎桑、高忠本、凌白桦、李广、陈宏棉、刘志启、申静、何岩、范兴木、曲献伟、阮嘉琪、王欣羽、贾悦、胡元娟、林丹丹、常姝韵、李静、吕春蓉、安晓英。



# 废弃化学品中铜、锌、镉、铅、铬等 12 种 元素形态分布的测定 连续提取法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。本文件中使用的部分试剂具有毒性、强氧化性、腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，应在通风橱中进行。如溅到皮肤、眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

## 1 范围

本文件描述了采用连续提取法测定废弃化学品中铜(Cu)、锌(Zn)、镉(Cd)、铅(Pb)、铬(Cr)、银(Ag)、砷(As)、钡(Ba)、铍(Be)、汞(Hg)、镍(Ni)和硒(Se)12种元素形态分布的方法，包括一般规定、样品处理、待测试样中元素种类确定及总含量测定、提取测定。

本文件适用于固态或半固态废弃化学品。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 33057 废弃化学品取样制样方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**元素形态** **speciation of elements**

基体中元素以某种离子或分子存在的实际形式。

注：依据连续提取程序，将元素形态划分为可交换态、碳酸盐结合态、可还原态、可氧化态、残渣态以及水溶态等。

### 3.2

**连续提取法** **sequential extraction procedure**

由多个步骤构成，依次采取中性、酸性、强酸性、非氧化还原性、氧化还原性、强氧化性等一系列提取剂，连续提取废弃化学品中各类元素的可交换态、碳酸盐结合态、可还原态、可氧化态、残渣态的方法。

### 3.3

**可交换态** **exchangeable fraction**

被氯化镁溶液提取交换的元素形态。

### 3.4

**碳酸盐结合态** **bound to carbonates fraction**

被乙酸钠-乙酸溶液提取的元素形态。

3.5

**可还原态 reducible fraction**

在酸性条件下被盐酸羟胺-乙酸溶液提取的元素形态。

3.6

**可氧化态 oxidisable fraction**

在酸性条件下被过氧化氢和乙酸铵溶液先后提取的元素形态。

3.7

**残渣态 residual fraction**

被盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸溶液或硝酸-盐酸溶液等分解的元素形态。

3.8

**水溶态 water-soluble fraction**

可溶于水的元素的氯化物和硝酸盐等,与水接触迅速溶出的元素形态。

4 一般规定

4.1 本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中的二级水。

4.2 试验所用的容器洗净后应置于盛有硝酸溶液(1+9)的具盖容器中浸泡 24 h,用水冲洗干净,置于洁净的环境中晾干后使用。

4.3 按 GB/T 33057 规定的方法取样,将试样置于干燥洁净的玻璃瓶中,密封,并于 4 ℃冷藏保存。

5 样品处理

5.1 仪器设备

5.1.1 鼓风干燥箱:温度能控制在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在  $35\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.3 玻璃砂坩埚:滤板孔径为  $10\text{ }\mu\text{m}\pm 5\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.2 制样步骤

5.2.1 试样制备

5.2.1.1 具盖容器烘干

将具盖容器置于鼓风干燥箱中,打开容器盖,于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下烘干 1 h,置于干燥器中冷却至室温,称量具盖容器质量( $m$ ),精确至 0.01 g。

5.2.1.2 风干样或干燥样

将 50 g~100 g 样品转移至烘干后的具盖容器中,称量总质量( $m_1$ ),精确至 0.01 g。打开容器盖于自然状态下风干,或将容器盖、盛有样品的容器一并置于电热恒温干燥箱中,于  $35\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下放置 12 h~24 h。风干或干燥完成后盖上容器盖,置于干燥器中冷却至室温,取出立即称量具盖容器和样品的总质量( $m_2$ ),精确至 0.01 g。

将试样粉碎、研磨,全部过非金属筛,粒径小于  $150\text{ }\mu\text{m}$  后,装入塑料密封袋中,室温阴凉处保存备用。

5.2.1.3 烘干样

将 50 g~100 g 新鲜样品转移至烘干后的具盖容器中,称量总质量( $m_1$ ),精确至 0.01 g。打开容器盖,将容器盖、盛有样品的容器一并置于鼓风干燥箱中,于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下烘干至质量恒定。烘干完成后盖上容器盖,置于干燥器中冷却至室温,取出立即称量具盖容器和样品的总质量( $m_2$ ),精确至 0.01 g。

将试样粉碎、研磨,全部过非金属筛,粒径小于  $150\text{ }\mu\text{m}$  后装入塑料密封袋中,室温阴凉处保存备用。

5.2.1.4 干燥减量计算

风干或干燥、烘干过程的干燥减量以质量分数  $w_0$  计,按公式(1)计算:

$$w_0 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_1$ ——具盖容器和新鲜样品总质量的数值,单位为克(g);
- $m_2$ ——具盖容器和风干或干燥样品(或烘干样品)总质量的数值,单位为克(g);
- $m$ ——具盖容器的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果符合以下规定:  
——当干燥减量不大于 30%时,两次测定结果的绝对差值不应大于算术平均值的 1.5%;  
——当干燥减量大于 30%时,两次测定结果的绝对差值不应大于算术平均值的 5%。

5.2.2 可溶性盐含量测定及计算

称取适量按 5.2.1 处理后的试样,称量试样质量( $m_r$ ),精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 250 mL 水溶解,用预先在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚,称量质量( $m_{or}$ ),抽滤。将玻璃砂坩埚和不溶物一起置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱中干燥至质量恒定(或于  $35\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下放置 12 h~24 h)后称量质量( $m_{1r}$ )。

可溶性盐含量以质量分数  $w_r$  计,按公式(2)计算:

$$w_r = 100\% - \frac{m_{1r} - m_{or}}{m_r} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $m_{1r}$ ——干燥后不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- $m_{or}$ ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- $m_r$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

6 待测试样中元素种类确定及总含量测定

6.1 待测试样取样

称取 5 g~10 g 经 5.2.1.2、5.2.1.3 处理后的试样至玛瑙研钵中继续研磨,全部过非金属筛,粒径小于  $100\text{ }\mu\text{m}$  后作为待测试样。

6.2 待测试样中元素种类确定

称取适量经 6.1 研磨后的试样,用全消解法对试样进行消解后,采用电感耦合等离子体发射光谱法等进行待测试样中元素种类的确定。对于电感耦合等离子体发射光谱法未检出的待测试样中元素,采用电感耦合等离子体质谱法进行待测试样中元素种类的再确定(见 A.1)。

### 6.3 待测试样中元素〔除砷(As)、汞(Hg)、硒(Se)外〕总含量测定

选取元素含量测定方法(见 A.1.1),取适量经 6.1 研磨后的试样进行废弃化学品中银(Ag)、钡(Ba)、铍(Be)、镉(Cd)、铬(Cr)、铜(Cu)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)9 种元素各元素总含量的测定。

### 6.4 待测试样中砷(As)、汞(Hg)、硒(Se)元素总含量测定

选取元素含量测定方法(见 A.1.2),取适量经 6.1 研磨后的试样进行废弃化学品中砷(As)、汞(Hg)、硒(Se)3 种元素各元素总含量的测定。

## 7 提取测定

### 7.1 原理

模拟不同的环境条件,按照由弱至强的原则,依次使用盐、酸、还原剂、氧化剂、强氧化剂组合成一系列提取程序,连续溶解提取试样中待测元素的可交换态、碳酸盐结合态、可还原态、可氧化态、残渣态 5 种形态。

### 7.2 试剂或材料

#### 7.2.1 硝酸。

#### 7.2.2 30%过氧化氢。

#### 7.2.3 硝酸溶液:0.02 mol/L。

7.2.4 氯化镁溶液: $c(\text{MgCl}_2) \approx 1.0 \text{ mol/L}$ 。准确称取 95.21 g 氯化镁置于烧杯中,加约 800 mL 水溶解,溶解后移入 1 L 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.2.5 乙酸钠-乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) \approx 1.0 \text{ mol/L}$ , $\text{pH} \approx 5.0$ 。准确称取 136.08 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )置于烧杯中,加入约 800 mL 水溶解,溶解后移入 1 L 聚乙烯容量瓶中,用乙酸调节 pH 至 5.0,用水稀释至刻度,摇匀。

7.2.6 盐酸羟胺-乙酸溶液: $c(\text{HONH}_2\text{Cl}) \approx 0.04 \text{ mol/L}$ , $c(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 25\%$ 。准确称取 2.78 g 盐酸羟胺置于烧杯中,加入约 400 mL 水溶解,溶解后移入 1 L 聚乙烯容量瓶中,加入 250 mL 乙酸后,用水稀释至刻度,摇匀。

7.2.7 乙酸铵-硝酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) \approx 3.2 \text{ mol/L}$ , $c(\text{HNO}_3) \approx 20\%$ 。准确称取 246.66 g 乙酸铵置于烧杯中,加入约 400 mL 水溶解,溶解后移入 1 L 聚乙烯容量瓶中,加 200 mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.3 仪器设备

#### 7.3.1 往复式自动振荡器。

#### 7.3.2 离心机:具盖聚四氟乙烯螺口离心管,转速可控制在 10 000 r/min。

#### 7.3.3 电热恒温水浴箱:温度能控制在 $85\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $95\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

#### 7.3.4 电热恒温干燥箱:温度控制精度 $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

### 7.4 试验步骤

#### 7.4.1 连续提取程序

##### 7.4.1.1 可交换态

7.4.1.1.1 称取 1 g~2 g 经 6.1 研磨处理后的风干或干燥、烘干试样(计为  $m_0$ ),精确至 0.000 2 g(如试



样中可溶性盐含量  $w_r$  大于 30%，按含盐量相应增加取样量），置于 50 mL 螺口离心管中，用移液管加入 8.00 mL 氯化镁溶液，摇匀，盖上盖子，室温下于往复式自动振荡器上振荡 1 h。然后置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 30 min，用注射器吸出上层清液（避免剩余固体物流失），准确移取适量上层清液，置于 25 mL 容量瓶中，加硝酸至溶液 pH 小于 2，以水定容。

7.4.1.1.2 移取适量上述定容后溶液进行消解（见 A.2），根据 A.1 中推荐的元素含量测定方法（电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法或原子荧光法等）进行待测元素含量测定。若无法当天消解、测定，上述定容后溶液置于 0℃~4℃ 的冰箱中保存，待处理。

7.4.1.1.3 向离心管的剩余固体物中加 8.00 mL 水洗涤，手动振摇 2 次~3 次，置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 10 min 后，用注射器吸出上层液体（避免剩余固体物流失），离心管中剩余固体物于 35℃±2℃ 干燥或冷冻干燥后作为下一步操作对象。

#### 7.4.1.2 碳酸盐结合态

向经 7.4.1.1 处理后的剩余固体物中加入 8.00 mL 乙酸钠-乙酸溶液，摇匀，盖上盖子，室温下于往复式自动振荡器上振荡 8 h。然后置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 30 min，用注射器吸出上层清液（避免剩余固体物流失），准确移取上层清液适量，置于 25 mL 容量瓶中，加硝酸至溶液 pH 小于 2，以水定容。以下按 7.4.1.1.2 进行操作。

向离心管的剩余固体物中加入 8.00 mL 水洗涤，手动振摇 2 次~3 次，置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 10 min 后，用注射器吸出上层液体（避免剩余固体物流失），离心管中剩余固体物以 35℃±2℃ 干燥或冷冻干燥后作为下一步操作对象。

#### 7.4.1.3 可还原态

向经 7.4.1.2 处理后的剩余固体物中加入 20.00 mL 盐酸羟胺-乙酸溶液，加盖后置于 95℃±2℃ 恒温水浴中保温 6 h，期间偶尔振摇。然后置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 30 min。用注射器吸出上层清液（避免剩余固体物流失），准确移取上层清液适量，置于 25 mL 容量瓶中，加硝酸至溶液 pH 小于 2，以水定容。以下按 7.4.1.1.2 进行操作。

向离心管中的剩余固体物中加 8.00 mL 水洗涤，手动振摇 2 次~3 次，置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 10 min 后，用注射器吸出上层液体（避免剩余固体物流失），离心管中剩余固体物以 35℃±2℃ 干燥或冷冻干燥后作为下一步操作对象。

#### 7.4.1.4 可氧化态

向经 7.4.1.3 处理后的剩余固体物中加入 3.00 mL 硝酸溶液、5.00 mL 30% 过氧化氢，加盖后置于 85℃±2℃ 电热恒温水浴箱中保温 2 h，期间偶尔振摇。继续加入 3.00 mL 30% 过氧化氢，在 85℃±2℃ 电热恒温水浴箱中保温 3 h，期间振荡一次。取出冷却至室温后，加入 5.00 mL 乙酸铵-硝酸溶液，室温下振荡 30 min，然后置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 30 min。用注射器吸出上层清液（避免剩余固体物流失），准确移取上层清液适量，置于 25 mL 容量瓶中，加硝酸至溶液 pH 小于 2，以水定容。以下按 7.4.1.1.2 进行操作。

向离心管的剩余固体物中加入 8.00 mL 水洗涤，手动振摇 2 次~3 次，置于离心机中，以 10 000 r/min 的转速离心 10 min 后，用注射器吸出上层液体（避免剩余固体物流失），离心管中剩余固体物以 35℃±2℃ 干燥或冷冻干燥后作为下一步操作对象。

注：若 7.4.1.1~7.4.1.4 中定容溶液消解后检测无待测元素，则省去洗涤步骤。

#### 7.4.1.5 残渣态

称量 7.4.1.4 中干燥后的剩余固体物 0.2 g（剩余固体物如小于 0.2 g，适当增加 7.4.1.1 的称样量，重

新进行连续提取程序),精确至 0.000 2 g,消解后测定待测元素含量(见附录 A)。

7.4.2 空白试验

同时同样随同试样从 7.4.1.1 开始进行空白试验。

7.5 水溶态

称取 2 g 经 6.1 处理后的试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 螺口离心管中,用移液管加入 20.00 mL 水,摇匀,盖上盖子,室温下于往复式自动振荡器上振荡 2 h。然后置于离心机中,以 10 000 r/min 的转速离心 30 min,准确移取适量上层清液,置于 25 mL 容量瓶中,加入硝酸至溶液 pH 小于 2 后以水定容。进行待测元素含量测定(见附录 A);若无法当天测定,则贮存于 0℃~4℃ 的冰箱中待测。

7.6 试验数据处理

废弃化学品中待测元素的可交换态、碳酸盐结合态、可还原态、可氧化态、残渣态的含量以质量分数  $w_{in}$  计,单位为 mg/kg,按公式(3)计算:

$$w_{in} = \frac{\rho_{in} V}{m_0 \times (V_2/V_1) \times (V_3/25)} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\rho_{in}$ ——消解完成后定容溶液中待测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$ ——消解完成后定容体积的数值,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——7.4.1.1 称取试料的质量的数值,单位为克(g);
- $V_2$ ——移取上层清液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_1$ ——添加浸提剂的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_3$ ——上层清液定容后移取的用于元素含量测定的溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

废弃化学品中某待测元素各类形态的质量分数和量以  $M_i$  计,按公式(4)计算:

$$M_i = w_{i1} + w_{i2} + w_{i3} + w_{i4} + w_{i5} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$w_{i1} \sim w_{i5}$ ——按公式(3)计算的待测元素某种形态的质量分数。

7.7 质量控制要求

待测元素总含量与待测元素各类形态的质量分数和量的差值与待测元素总含量的比( $\delta$ )符合表 1 的规定。

表 1

试样中待测元素总含量/(mg/kg)	<100	100~1 000	>1 000
$ \delta  \leq$	30%	15%	10%

附 录 A  
(资料性)  
各元素含量测定方法与浸提液消解

A.1 各类元素含量测定方法

A.1.1 银(Ag)、钡(Ba)、铍(Be)、镉(Cd)、铬(Cr)、铜(Cu)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)元素含量测定方法  
银(Ag)、钡(Ba)、铍(Be)、镉(Cd)、铬(Cr)、铜(Cu)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)元素含量测定方法及样品处理见表 A.1。

表 A.1

序号	推荐参考相关文件	标准编号
1	固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法	HJ 766
2	固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法	HJ 781
3	工业废液处理污泥中铜、镍、铅、锌、镉、铬等 26 种元素含量测定方法	GB/T 36690
4	废弃化学品 铅含量测定方法	HG/T 5813
5	废弃化学品 锌含量测定方法	HG/T 5814
6	废弃化学品中镉的测定	HG/T 4550(所有部分)
7	废弃化学品中镍的测定	HG/T 4551(所有部分)
8	废弃化学品中铜的测定	HG/T 5013
9	废弃化学品中铬的测定	HG/T 5014

A.1.2 砷(As)、汞(Hg)、硒(Se)元素含量测定方法

砷(As)、汞(Hg)、硒(Se)元素含量测定方法及样品处理见表 A.2。

表 A.2

序号	推荐参考相关文件	标准编号
1	固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法	HJ 766
2	固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法	HJ 702
3	工业废液处理污泥中铜、镍、铅、锌、镉、铬等 26 种元素含量测定方法	GB/T 36690

A.2 浸提液消解

移取适量浸提液于 50 mL 聚四氟乙烯消解管中,加硝酸至溶液 pH 小于 2,置于石墨消解仪中,于 110 ℃~150 ℃密闭消解约 50 min 后,全部转移至 25 mL 容量瓶中,以水定容至刻度,摇匀。如溶液浑浊或存在悬浮物,应采用 0.22 μm 水相针式过滤器(聚醚砜)过滤后,参考表 A.1 中方法测定元素含量。若当天无法测定,应贮存在 0 ℃~4 ℃的冰箱中。

参 考 文 献

- [1] GB/T 36690 工业废液处理污泥中铜、镍、铅、锌、镉、铬等 26 种元素含量测定方法
- [2] HG/T 4550(所有部分) 废弃化学品中镉的测定
- [3] HG/T 4551(所有部分) 废弃化学品中镍的测定
- [4] HG/T 5013 废弃化学品中铜的测定
- [5] HG/T 5014 废弃化学品中铬的测定
- [6] HG/T 5813 废弃化学品 铅含量测定方法
- [7] HG/T 5814 废弃化学品 锌含量测定方法
- [8] HJ 702 固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法
- [9] HJ 766 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法
- [10] HJ 781 固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

---

# www.bzxz.net

免费标准下载网