



中华人民共和国国家标准

GB 30760—2014

水泥窑协同处置固体废物技术规范

Technical specification for coprocessing of solid
waste in cement kiln

2014-06-09 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水泥窑协同处置固体废物技术规范
GB 30760—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49852 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准的第8章、第9章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准负责起草单位:中国建筑材料科学研究总院、北京金隅红树林环保技术有限责任公司、华新水泥股份有限公司。

本标准参加起草单位:中国环境科学研究院、拉法基瑞安水泥有限公司、中国建材检验认证集团股份有限公司、北京建筑材料科学研究总院、豪瑞管理顾问(中国)有限公司。

本标准主要起草人:颜碧兰、汪澜、李叶青、田巍、熊运贵、王焕忠、范晓虹、顾军、闫大海、姜雨生、张建平、魏丽颖、刘姚君、杜大艳、宋军华、王昕、李春萍、郭随华、刘晶、梁慧超、杨玉飞。

水泥窑协同处置固体废物技术规范

1 范围

本标准规定了水泥窑协同处置固体废物的术语和定义、协同处置固体废物的鉴别和检测、处置工艺技术和管理要求、入窑生料和水泥熟料重金属含量限值及水泥可浸出重金属含量限值、检测方法及检测频次等。

本标准适用于水泥窑协同处置危险废物、生活垃圾(包括废塑料、废橡胶、废纸、废轮胎等)、城市和工业污水处理污泥、动植物加工废物、受污染土壤、应急事件废物等固体废物的生产工艺过程、产品的控制及管理。

液态废物(排入水体的废水除外)的处置可参照本标准执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 176 水泥化学分析方法

GB/T 214 煤中全硫的测定方法

GB/T 1345 水泥细度检验方法 筛析法

GB 4915 水泥工业大气污染物排放标准

GB 5085 危险废物鉴别标准

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15555.1 固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法

GB/T 15555.11 固体废物 氟化物的测定 离子选择性电极法

GB/T 15555.12 固体废物 腐蚀性测定 玻璃电极法

GB 18597 危险废物贮存污染控制标准

GB/T 21372—2008 硅酸盐水泥熟料

GB/T 27978 水泥生产原料中废渣用量的测定方法

GB 30485 水泥窑协同处置固体废物污染控制标准

GB/T 30810 水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法

GB 50016 建筑设计防火规范

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范

HJ 662 水泥窑协同处置固体废物环境保护技术规范

HJ 2025 危险废物收集、贮存、运输技术规范

CJ/T 96 生活垃圾化学特性通用检测方法

CJ/T 313 生活垃圾采样和物理分析方法

环境保护部、国家发展和改革委员会第1号令(2008.6) 国家危险废物名录

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

固体废物 solid waste

在生产、生活和其他活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质。

3.2

水泥窑协同处置固体废物 co-processing of solid waste in cement kiln

通过高温焚烧及水泥熟料矿物化高温烧结过程实现固体废物毒害特性分解、降解、消除、惰性化、稳定化等目的的废物处置技术手段。

4 协同处置固体废物的鉴别和检测

4.1 不应协同处置的废物

下列固体废物不应入窑进行协同处置：

- a) 放射性废物；
- b) 具有传染性、爆炸性及反应性废物；
- c) 未经拆解的废电池、废家用电器和电子产品；
- d) 含汞的温度计、血压计、荧光灯管和开关；
- e) 有钙焙烧工艺生产铬盐过程中产生的铬渣；
- f) 石棉类废物；
- g) 未知特性和未经鉴定的固体废物。

4.2 协同处置固体废物的鉴别和分析

水泥生产企业在接收固体废物之前，应对固体废物进行鉴别和分析，确定固体废物是否适宜水泥窑协同处置。相关程序包括：

- a) 了解产生固体废物企业及工艺过程基本情况，确定固体废物种类、物理化学特性等基本属性。
- b) 列入《国家危险废物名录》或者根据 HJ/T 298 和 GB 5085 认定具有危险特性的废物按照 HJ/T 298 进行采样；一般废物按照 HJ/T 20 进行采样，记录并报告详细的采样信息。
- c) 危险废物按照 HJ/T 298 和 GB 5085 进行鉴别分析，确定危险废物的危害特性。
- d) 鉴别分析拟处置的固体废物特性，检测内容参见附录 A。

5 生产处置管理要求和工艺技术

5.1 水泥窑协同处置固体废物的管理要求

协同处置固体废物企业应设立处置废物的管理机构，建立健全各项管理制度并有专职人员负责处置固体废物管理及环境保护有关工作；所有岗位的人员均应进行有关水泥窑协同处置固体废物相关知识及技能的培训。

5.2 水泥窑协同处置设施场地与贮存

水泥窑协同处置固体废物设施所处场地应满足 GB 30485 和 HJ 662 要求。

水泥窑协同处置厂区内危险废物的贮存设施应满足 GB 18597 的要求。生产处置厂区内一般废物的贮存设施应满足 GB 50016 的要求。对于有挥发性或化工恶臭的固体废物,应在密闭条件下贮存。固体废物的贮存设施要有必要的防渗性能。贮存设施内产生的废气和渗滤液,应根据各自的性质,按照相关国家标准进行处理达标后排放。

5.3 水泥窑协同处置过程中固体废物的输送

在生产处置厂区内可采用机械、气力等输送装备或车辆输送、转运固体废物。固体废物的输送、转运要有防扬尘、防异味散发、防泄漏等技术措施。对于有挥发性或化工恶臭的固体废物,应在密闭或负压条件下进行输送、转运,产生的废气应导入水泥窑中或是通过空气过滤装置后达标排放;输送、转运管道应有防爆等技术措施。

5.4 水泥窑协同处置厂区内固体废物的预处理

为适应水泥窑处置的要求,可在生产处置厂区内对固体废物进行预处理,包括化学处理,如酸碱中和;物理处理,如分选、水洗、破碎、粉磨、烘干等。预处理工艺过程要有防扬尘、防异味散发、防泄漏等技术措施。对于有挥发性或化工恶臭的固体废物,应在密闭或负压条件下进行预处理。预处理过程产生的废渣、废气和废液,应根据各自的性质,按照国家相关标准和文件进行处理达标后排放。

5.5 水泥窑工艺技术装备及运行

协同处置固体废物的水泥窑应是新型干法预分解窑,设计熟料规模大于 2 000 t/d,生产过程控制采用现场总线或 DCS 或 PLC 控制系统、生料质量控制系统、生产管理信息分析系统;窑尾安装大气污染物连续监测装置。窑炉烟气排放采用高效除尘器除尘,除尘器的同步运转率为 100%。

水泥窑在协同处置固体废物时,投料量应稳定,及时调整操作参数,保证窑炉及其他工艺设备的正常运行。

5.6 水泥窑协同处置固体废物的投料

水泥窑协同处置固体废物投料点可设在生料制备系统、分解炉和回转窑系统(不包括篦冷机)。设在分解炉和回转窑系统上的投料点应保持负压操作;含有机挥发性物质或化工恶臭的固体废物,不能投入生料制备系统。

水泥窑协同处置固体废物投料应有准确计量和自动控制装置。在水泥窑或烟气除尘设备出现不正常状况时,应自动联机停止固体废物投料。在水泥窑达到正常工况并稳定运行至少 4 小时后,可开始投加固体废物;在水泥窑计划停机前至少 4 小时内不得投加固体废物。

6 入窑生料中重金属含量参考限值

6.1 为确保水泥熟料中重金属含量满足要求,经计算得到的入窑生料中重金属含量不宜超过表 1 中规定的参考限值。入窑生料重金属含量按式(1)计算:

$$R_i = \sum W_{ij} \alpha_j + M_i \beta + R_{ri} (1 - \sum \alpha_j - \beta) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R_i ——水泥窑协同处置固体废物后投料期间,生料中第 i 类重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

i ——重金属种类,可取代号为 1、2、3 等;

j ——水泥窑协同处置固体废物种类,可取代号为 1、2、3 等,包含在生料制备系统、分解炉和回转窑系统里投加的固体废物;

W_{ij} ——第 j 类固体废物(灼烧基)的第 i 种重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 α_j ——第 j 类固体废物(灼烧基)折算到生料中的配料比例,%;
 M_i ——煤灰中第 i 种重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 β ——煤灰折算到生料中的配料比例,%;
 R_i ——不投加固体废物期间,生料中第 i 类重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

表 1 入窑生料中重金属含量参考限值

重金属元素	参考限值/(mg/kg)
砷(As)	28
铅(Pb)	67
镉(Cd)	1.0
铬(Cr)	98
铜(Cu)	65
镍(Ni)	66
锌(Zn)	361
锰(Mn)	384

6.2 水泥窑协同处置固体废物投料量的确定也可参考 HJ 662 中的重金属最大允许投加量限值。

7 水泥熟料中重金属含量限值

7.1 水泥窑协同处置固体废物时,水泥窑生产的水泥熟料应满足 GB/T 21372—2008 的要求,水泥熟料中重金属元素含量不宜超过表 2 规定的限值。水泥熟料中重金属含量的检测按附录 B 规定的方法进行。

表 2 水泥熟料中重金属含量限值

重金属	限值/(mg/kg)
砷(As)	40
铅(Pb)	100
镉(Cd)	1.5
铬(Cr)	150
铜(Cu)	100
镍(Ni)	100
锌(Zn)	500
锰(Mn)	600

8 水泥熟料中可浸出重金属含量限值

8.1 水泥窑协同处置固体废物时,水泥熟料中可浸出重金属含量不得超过表 3 规定的限值。

8.2 水泥熟料中可浸出重金属含量测定按 GB/T 30810 规定的方法进行,其中样品制备按 GB/T 21372—2008 中 5.2 进行。

表 3 水泥熟料中可浸出重金属含量限值

重金属	限值(mg/L)
砷(As)	0.1
铅(Pb)	0.3
镉(Cd)	0.03
铬(Cr)	0.2
铜(Cu)	1.0
镍(Ni)	0.2
锌(Zn)	1.0
锰(Mn)	1.0

9 大气污染物排放量限值及监测

水泥窑协同处置固体废物时,水泥窑排放的大气污染物应按照 GB 4915、GB 30485 和 HJ 662 进行检测并满足相关的要求。

10 检测频次

10.1 当首次处置某种危险废物时,水泥熟料中重金属含量检测频次不低于每天 1 次;连续一周检测结果稳定且不超出标准规定限值,在危险废物来源及投料量稳定的前提下,频次可减为每周 1 次;连续两个月检测结果稳定且不超出标准规定限值,频次可减为每月 1 次;若在此期间检测结果出现异常或危险废物来源发生变化或中断处置超过半年以上,则频次重新调整为每天 1 次,依次重复。

当首次处置某种危险废物时,必须进行水泥熟料中可浸出重金属含量检测,在水泥熟料重金属含量检测合格、危险废物来源及投料量稳定的前提下,频次为每月 1 次;连续两个月检测结果稳定且不超出标准规定限值,频次可减为每半年 1 次;若在此期间检测结果出现异常或危险废物来源发生变化或中断处置超过半年以上,则频次重新依次重复。

10.2 当首次处置某种确定含重金属的一般废物时,水泥熟料中重金属含量检测频次不低于每周 3 次;连续二周检测结果稳定且不超出标准规定限值,在这种废物来源及投料量稳定的前提下,频次可减为每月 1 次;连续三个月结果稳定且不超出标准规定限值,频次可减为三个月 1 次;若在此期间试验结果出现异常或废物来源发生变化或中断处置超过半年以上,则频次重新调整为每周 3 次,依次重复。

当首次处置某种确定含重金属的一般废物时,必须进行水泥熟料中可浸出重金属含量检测,在这种废物来源及投料量稳定的前提下,频次为每月 1 次;连续三个月检测结果稳定且不超出标准规定限值,频次可减为每年 1 次;若在此期间检测结果出现异常或危险废物来源发生变化或中断处置超过半年以上,则频次重新依次重复。

附录 A
(资料性附录)
固体废物的分析项目

表 A.1 固体废物的化学成分和重金属元素分析项目

种类	化学成分 ^a										重金属元素 ^b									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	S	F	Hg	As	Pb	Cd	Cr	Cu	Ni	Zn	Mn	
生活污水类	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
生活垃圾类	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
污染土	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
固态、半固态工业废物	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
液态工业废物						√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
^a 建议 Cl 依据 CJ/T 96 分析,S 依据 GB/T 214 艾士卡法分析,F 依据 GB/T 15555.11 分析,其余化学成分为灰分中的组分,依据 GB/T 176 分析。																				
^b 建议除 Hg 外,重金属元素依据附录 B 处理样品,参照附录 B、GB/T 30810 分析;Hg 依据 GB/T 15555.1 进行分析。																				

表 A.2 固体废物的物理性质、pH 值、低位热值和有机成分分析项目

种类	物理性质 ^a		pH 值 ^a	低位热值 ^b	有机成分 ^c
	水分	烧失量			
生活污水类	√	√		√	
生活垃圾类	√	√		√	
污染土	√	√			√
固态、半固态工业废物	√	√		√	√
液态工业废物			√	√	√
^a 建议水分依据 GB/T 27978 分析,烧失量依据 GB/T 176 分析,pH 值依据 GB/T 15555.12 分析。					
^b 可根据废物的属性确定是否需要检测。					
^c 有机成分包括多氯联苯等,应根据废物的属性确定有机成分检测项目和方法。					

附 录 B
(规范性附录)
水泥熟料中重金属含量的测定方法

B.1 范围

本附录规定了水泥熟料中重金属含量的测定方法。

B.2 方法原理

采用混合酸溶液以及微波加热的方法将试样全部消解进入溶液中,再进行溶液中的重金属含量的测定。

B.3 试验用试剂和材料

B.3.1 试验用水:应符合 GB/T 6682 规定的 I 级水。

B.3.2 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42\text{ g/mL}$, 优级纯。

B.3.3 氢氟酸(HF), 40%, 优级纯。

B.3.4 盐酸(HCl), $\rho=1.19\text{ g/mL}$, 优级纯。

B.3.5 硼酸饱和溶液:将硼酸晶体(分析纯)加入水中,用玻璃棒不断搅拌,直到硼酸不再溶解,即可制得硼酸饱和溶液。

B.3.6 砷标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.320 g 经硅胶干燥器干燥 24 h 的三氧化二砷(As_2O_3),溶于 10 mL 氢氧化钠(B.3.28)中,移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用盐酸(B.3.27)定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.7 铅标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.598 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$,溶于约 200 mL 水中,加 1.5 mL 硝酸(B.3.2),移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.8 镉标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.000 g 纯镉粉,溶于 5 mL 硝酸溶液(B.3.24)中,移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.9 铬标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.414 g 经 $105\text{ }^\circ\text{C}\sim 110\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 优级纯),溶于水中,移入 500 mL 容量瓶,用水定容至 500 mL 。

B.3.10 铜标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.000 g 纯铜粉(铜含量 $\geq 99.9\%$),溶于 15 mL 硝酸溶液(B.3.24)中,移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.11 镍标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.000 g 金属镍(高纯或光谱纯),溶于 10 mL 硝酸溶液(B.3.24)中,加热驱除氮氧化物,冷却至室温后移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.12 锌标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.000 g 纯锌粉(锌含量 $\geq 99.9\%$),溶于 20 mL 硝酸溶液(B.3.24)中,移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.13 锰标准储备液(1 mg/mL):称取 1.291 g 氧化锰(MnO , 优级纯)或称取 1.000 g 金属锰 $[\omega(\text{Mn})\geq 99.8\%]$,加硝酸溶液(B.3.24)溶解后,移入 $1\text{ }000\text{ mL}$ 容量瓶,用水定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

B.3.14 硝酸溶液(1+99):1 份体积的硝酸(B.3.2)与 99 份体积的水相混合。

B.3.15 砷标准使用液($100\text{ }\mu\text{g/L}$):临用前将砷标准储备液(B.3.6)用盐酸溶液(B.3.27)逐级稀释配制。

B.3.16 铅标准使用液($500\text{ }\mu\text{g/L}$):临用前将铅标准储备液(B.3.7)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。

B.3.17 镉标准使用液($25\text{ }\mu\text{g/L}$):临用前将镉标准储备液(B.3.8)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。

- B.3.18** 铬标准使用液(500 $\mu\text{g/L}$):临用前将铬标准储备液(B.3.9)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。
- B.3.19** 铜标准使用液(500 $\mu\text{g/L}$):临用前将铜标准储备液(B.3.10)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。
- B.3.20** 镍标准使用液(400 $\mu\text{g/L}$):临用前将镍标准储备液(B.3.11)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。
- B.3.21** 锌标准使用液(5.0 mg/L):临用前将锌标准储备液(B.3.12)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。
- B.3.22** 锰标准使用液(10.0 mg/L):临用前将锰标准储备液(B.3.13)用硝酸溶液(B.3.14)逐级稀释配制。
- B.3.23** 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 水溶液(50 g/L):5g 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ (优级纯),溶于100 mL水中。
- B.3.24** 硝酸溶液(1+1):1份体积的硝酸(B.3.2)与1份体积的水相混合。
- B.3.25** 硫脲-抗坏血酸混合溶液(5+5+100):分别称取硫脲、抗坏血酸各5g,溶于100 mL水中。此溶液现用现配。
- B.3.26** 硼氢化钾(KBH_4)溶液(10 g/L):0.5g 氢氧化钾于溶解少量水中,加入1g 硼氢化钾后混匀,用水稀释至100 mL。此溶液现用现配。
- B.3.27** 盐酸溶液(3+97):3份体积的盐酸(B.3.4)与97份体积的水相混合。
- B.3.28** 氢氧化钠溶液(40 g/L):4g 氢氧化钠溶于100 mL水中。

注:各标准储备液也可采用国家有证标准物质配制。

B.4 试验用仪器设备

B.4.1 微波消解仪:

- a) 微波功率能保证快速加热,通常为600 W~1 500 W;
- b) 能显示压力、温度数据;感应温度达到 $\pm 2.5\text{ }^\circ\text{C}$;
- c) 具备耐腐蚀、通风良好的炉腔;
- d) 配备微波能够透过、耐试剂的惰性塑胶材料制成的罐(如特氟隆消解罐)。

B.4.2 赶酸仪:控温精度达 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$;孔间温度差应小于 $\pm 1.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。

B.4.3 容量瓶:50 mL。

B.4.4 分析天平:精度达到 $\pm 0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

B.4.5 方孔筛:满足GB/T 1345标准规定的80 μm 方孔筛。

B.4.6 原子吸收分光光度计:带有火焰、石墨炉原子化器。

B.4.7 原子荧光光谱仪。

B.4.8 砷空心阴极灯。

B.4.9 铅空心阴极灯。

B.4.10 镉空心阴极灯。

B.4.11 铬空心阴极灯。

B.4.12 铜空心阴极灯。

B.4.13 镍空心阴极灯。

B.4.14 锌空心阴极灯。

B.4.15 锰空心阴极灯。

B.4.16 高纯氩气。

B.4.17 乙炔。

B.5 试验步骤

B.5.1 试验准备

实验所用的玻璃器皿需先用洗涤剂洗净,再用硝酸溶液(1+1)(B.3.24)浸泡 24 h,使用前再依次用自来水、试验用水(B.3.1)洗净。

B.5.2 试样的制备

将水泥熟料破碎、磨细,试样应全部通过 80 μm 方孔筛。

B.5.3 空白消解溶液的制备

依次将 6 mL 盐酸(B.3.4),2 mL 硝酸(B.3.2)和 2 mL 氢氟酸(B.3.3),10 mL 试验用水(B.3.1)加入特氟隆消解罐中,将消解罐置于微波消解仪,安装固定后加热至 180 $^{\circ}\text{C}$,保温 30 min。然后从微波消解仪移出消解罐,加入 12 mL 硼酸饱和溶液(B.3.5),放入已预热至 90 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$ 的赶酸仪中 10 min 以上,直至样品全部消解(不要蒸干)。然后将特氟隆消解罐移出赶酸仪冷却至室温,将消解溶液转移至容量瓶,用试验用水(B.3.1)定容至 50 mL。

B.5.4 试样消解溶液的制备

称取 0.250 0 g 试样,准确到 0.000 1 g,按照 B.5.3 的步骤制备试样消解溶液。

注:所有的消解过程应在通风环境下进行。

B.5.5 样品分析

B.5.5.1 砷的测定

B.5.5.1.1 方法提要

砷的测定采用氢化物-原子荧光光谱法。试液在酸性介质中,以硼氢化钾作还原剂,将样品中的砷转化为挥发性氢化物,以高纯氩气作为载气将挥发性氢化物从母液中分离导入石英炉原子化器中原子化。以特种空心阴极灯作激发光源,激发砷原子发出荧光,荧光强度值在一定范围内与砷的浓度成正比。

砷的检出限为:砷 0.005 mg/L。

B.5.5.1.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。

B.5.5.1.3 标准曲线

B.5.5.1.3.1 砷标准溶液系列配制

分别移取砷标准使用液(B.3.15)0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 6 个 50 mL 容量瓶中,各加入硫脲-抗坏血酸混合溶液(B.3.25)10 mL,用盐酸溶液(B.3.27)定容。砷标准溶液系列砷浓度分别为:0.0 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 。

B.5.5.1.3.2 砷标准曲线测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,以盐酸溶液(B.3.27)为载流液、硼氢化钾(B.3.26)为还原

剂,由低到高浓度顺次测定砷标准溶液的荧光强度。以标准溶液的浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)为横坐标,以相应的荧光强度值减去空白试验溶液的荧光强度值为纵坐标,绘制标准曲线。

B.5.5.1.4 分析步骤

B.5.5.1.4.1 按照标准曲线测定中仪器的条件分别测定试样消解溶液中砷的荧光强度,在标准曲线中查出浸出液相应的浓度。

B.5.5.1.4.2 按照标准曲线测定中仪器的条件测定空白消解溶液中砷的荧光强度,并在标准曲线中查出其相应浓度。

B.5.5.2 铅、镉、铬、铜、镍的测定

B.5.5.2.1 方法提要

铅、镉、铬、铜、镍的测定采用石墨炉原子吸收分光光度法。试液通过自动进样器注入石墨炉中,经过预先设定的干燥、灰化、原子化等升温程序使共存机体蒸发除去,同时在原子化阶段的高温下铅、镉、铬、铜、镍化合物离解为基态原子蒸汽,并对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收,在选择的最佳测定条件下,通过背景扣除测定试液中铅、镉、铬、铜和镍的吸光度。加入磷酸氢二铵可消除干扰。

铅、镉、铬、铜、镍的检出限分别为:铅 0.005 mg/L,镉 0.001 mg/L,铬 0.01 mg/L,铜 0.005 mg/L,镍 0.01 mg/L。

B.5.5.2.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。

B.5.5.2.3 标准曲线

B.5.5.2.3.1 标准溶液系列配制

a) 铅标准溶液系列

分别移取铅的标准使用液(B.3.16)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入3.0 mL磷酸氢二铵(B.3.23)溶液,用硝酸(B.3.14)定容。铅标准溶液系列铅浓度分别为:0.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 。

b) 镉标准溶液系列

分别移取镉的标准使用液(B.3.17)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入3.0 mL磷酸氢二铵(B.3.23)溶液,用硝酸(B.3.14)定容。镉标准溶液系列镉浓度分别为:0.0 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.5 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 。

c) 铬标准溶液系列

分别移取铬的标准使用液(B.3.18)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入3.0 mL磷酸氢二铵(B.3.23)溶液,用硝酸(B.3.14)定容。铬标准溶液系列铬浓度分别为:0.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 。

d) 铜标准溶液系列

分别移取铜的标准使用液(B.3.19)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入3.0 mL磷酸氢二铵(B.3.23)溶液,用硝酸(B.3.14)定容。铜标准溶液系列铜浓度分别为:0.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 。

e) 镍标准溶液系列

分别移取镍的标准使用液(B.3.20)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入3.0 mL磷酸氢二铵(B.3.23)溶液,用硝酸(B.3.14)定容。镍标准溶液系列镍浓度分别为:

0.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、16.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、80.0 $\mu\text{g/L}$ 。

B.5.5.2.3.2 标准曲线测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。

以标准溶液的浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)为横坐标,以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

B.5.5.2.4 分析步骤

B.5.5.2.4.1 按照标准曲线测定中仪器的条件分别测定试样消解溶液中各元素的吸光度,在标准曲线中查出其相应的浓度。

B.5.5.2.4.2 按照标准曲线测定中仪器的条件测定空白消解溶液中各元素的吸光度,并在标准曲线中查出其相应的浓度。

B.5.5.3 锌、锰的测定

B.5.5.3.1 方法提要

锌、锰的测定采用火焰原子吸收分光光度法。测定锌、锰的试液经不同方式的处理后,被吸入空气-乙炔火焰,在火焰中形成的元素基态原子蒸汽对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收,在选择的最佳测定条件下,测定试液中锌、锰的吸光度。

锌、锰的检出限分别为:锌 0.2 mg/L 、锰 0.1 mg/L 。

B.5.5.3.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。

B.5.5.3.3 标准曲线

B.5.5.3.3.1 标准溶液系列配制

a) 锌标准溶液系列

分别移取锌的标准使用液(B.3.21)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、20.0 mL 于 5 个 50 mL 容量瓶中,用硝酸(B.3.14)定容。锌标准溶液系列锌浓度分别为:0.0 mg/L 、0.1 mg/L 、0.2 mg/L 、0.5 mg/L 、2.0 mg/L 。

b) 锰标准溶液系列

分别移取锰的标准使用液(B.3.22)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 于 5 个 50 mL 容量瓶中,用硝酸(B.3.14)定容。锰标准溶液系列锰浓度分别为:0.0 mg/L 、0.2 mg/L 、0.4 mg/L 、1.0 mg/L 、2.0 mg/L 。

B.5.5.3.3.2 标准曲线测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作参数,由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。以标准溶液的浓度(以 mg/L 计)为横坐标,以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

B.5.5.3.4 分析步骤

B.5.5.3.4.1 按照标准曲线测定中仪器的条件分别测定试样消解溶液中各元素的吸光度,在标准曲线中

GB 30760—2014

查出其相应的浓度。

B.5.5.3.4.2 按照标准曲线测定中仪器的条件测定空白消解溶液中各元素的吸光度,并在标准曲线中查出其相应的浓度。

注:不同样品的最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书及样品实际再自行调整。

B.5.6 计算

B.5.6.1 除锌、锰外,水泥熟料中重金属含量用式(B.1)计算:

$$S_i = \frac{(C_i - C'_i) \times V}{m_0} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

i ——水泥熟料中重金属砷、铅、镉、铬、铜、镍;

S_i ——水泥熟料中重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_i ——试样消解溶液中第 i 类重金属的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

C'_i ——空白消解溶液中第 i 类重金属的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——消解溶液定容体积,单位为升(L);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

B.5.6.2 对于锌、锰,水泥熟料中重金属含量用式 B.2 计算:

$$S_j = \frac{(C_j - C'_j) \times V}{m_0} \times 1\,000 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

j ——水泥熟料中重金属锌、锰;

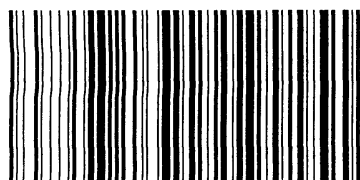
S_j ——水泥熟料中重金属含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_j ——试样消解溶液中第 j 类重金属的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C'_j ——空白消解溶液中第 j 类重金属的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——消解溶液定容体积,单位为升(L);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。



GB 30760—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49852

定价: 18.00 元