

● 李国刚 编著

固体废物试验 与监测分析方法



化学工业出版社
环境科学与工程出版中心

固体废物试验与监测分析方法

李国刚 编著

化学工业出版社

环境科学与工程出版中心

·北京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

固体废物试验与监测分析方法/李国刚编著. —北京:
化学工业出版社, 2003. 9

ISBN 7-5025-4765-7

I. 固… II. 李… III. ①固体废物-试验②固体
废物-监测 IV. X705

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 081392 号

固体废物试验与监测分析方法

李国刚 编著

责任编辑: 刘俊之 张玉昆

责任校对: 凌亚男

封面设计: 于 兵

*

化学工业出版社出版发行

环境科学与工程出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010)64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市前程装订厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 13 字数 344 千字

2003 年 10 月第 1 版 2003 年 10 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-4765-7/X · 329

定 价: 30.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

序

1995年，我国颁布了《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》。该法对固体废物污染环境的防治做出了严格的规定，提出了“减量化、资源化和无害化”的管理原则。为了全面贯彻实施该法律，我国又陆续制定了一系列配套的管理制度、措施和污染控制标准。

按照《国家环境保护“十五”计划》，我国将加快固体废物特别是危险废物处理厂的建设步伐，强化固体废物的环境治理与监督管理力度。要实施固体废物的科学管理和无害化处置，必须首先获得固体废物的鉴别、分类、状态、危险特性等基本信息，必须开展固体废物在各环节的常规环境监测和实验室分析试验。

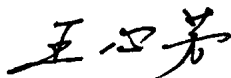
固体废物有害特性的鉴别试验和有害成分的监测分析，其基本任务就是根据环境管理的需要，对固体废物污染源产生、贮存、运输、处置等全过程实施鉴别、监测，为固体废物的综合利用和无害化处理、处置提供科学的依据；对与固体废物有关的环境污染事故开展调查监测和应急监测；为环境主管部门制定和执行各项有关的环境法规、标准，全面开展固体废物的环境管理工作提供有关的数据信息和技术支持。但是，由于种种原因，我国固体废物毒性试验和有害成分的监测分析方法，在研究制定方面进展比较慢，还不能满足固体废物，尤其是危险废物管理和处置的需要。

令人欣慰的是，多年来，在环境监测和科研战线，有一批同志坚持不懈地进行固体废物毒性试验与监测分析的研究和试验方面的探索，提出了一些试验方法和技术，积累了很好的经验。中国环境监测总站李国刚同志怀着很高的工作热情，在收集、整理、归纳、提炼这些实践经验的基础上，参考国外有关固体废物环境监测的大

量资料，并根据自己的科研实践编写了这本《固体废物试验与监测分析方法》。该书根据我国固体废物的种类、特性、形态、产生、贮存、运输、处理处置的特点以及我国固体废物有害特性试验和有害成分监测分析技术条件及发展趋势，对固体废物环境监测的技术原理和试验、监测分析方法等进行了比较全面的论述。该书的研究成果及时反映了该领域的发展现状。

本书所选固体废物有害特性试验和有害成分监测分析方法，既考虑了技术上的先进性，又考虑了实际应用中的可操作性，不仅适用于固体废物危险特性鉴别与有害成分的监测分析，而且也适用于固体废物环境影响评价及相关环保设施竣工验收监测，以及固体废物环境污染事故的调查与仲裁监测。相信本书的出版，对进一步推动我国固体废物环境监测和监测科研工作的深入开展会发挥积极的作用。

国家环境保护总局副局长

A handwritten signature in black ink, appearing to read '王心' (Wang Xin), written in a cursive style.

2003 年 7 月

前 言

为了控制固体废物对环境的污染，我国于1995年颁布实施了《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》。为了全面贯彻实施该法律，我国又相继制定了一系列配套的管理制度、管理措施和固体废物环境污染控制标准。

《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》明确规定，我国对固体废物污染环境的防治，实行减少固体废物的产生、充分合理利用固体废物和无害化处置固体废物的原则。要进行固体废物的特性鉴别，防止固体废物在预处理、综合利用、贮存、中间处理、处置过程中对环境的二次污染，实施固体废物的科学的、法制化的环境监督管理，首先必须获得固体废物的分类、状态、危险特性和有害成分等信息。即必须开展固体废物在各环节的常规监督性监测和科研性监测。

固体废物有害特性的鉴别试验和有害成分的监测分析，其基本任务就是根据环境管理的需要，对固体废物污染源产生、贮存、运输、处理、处置等全过程实施鉴别、监测，并为固体废物的环境影响、综合利用和无害化处理、处置提供科学的依据；对与固体废物有关的环境污染事故开展调查监测和应急监测；为环境主管部门制定和执行各项有关的环境法规、标准，全面开展固体废物的环境管理工作提供有关的数据信息和资料。

1986年11月，中国环境科学出版社出版了《工业固体废物有害特性试验与监测分析方法》（试行），该书对我国开展工业固体废物有害特性试验与监测分析方面的工作发挥了重要作用。但该书距今已17年了，所选方法偏重于化学分析方法，涉及污染物项目有限，特别是缺乏近年来国家颁布实施的固体废物环境污染控制标准

中规定的有害成分的监测分析方法。在采集有代表性样品以及样品制备方面，还缺乏可操作的技术规范。

自“七五”以来，固体废物的毒性试验与监测分析方法有了很大的发展，积累了很好的经验。为了及时反映该领域的发展现状，进一步推动固体废物环境监测工作的深入开展，在总结“八五”和“九五”攻关课题科研成果的基础上，结合国内外环境监测的成功实例以及我国固体废物的来源、种类、形态、总量、特性（包括物理、化学、生物化学和生物特性）、毒性和持久性（包括物理的、化学的和生物的）、贮存、运输、处理处置的特点，以及生物物质或沉积物的累计和生物转化作用，作者根据自己的科研心得编写了这本《固体废物试验与监测分析方法》。

本书所选固体废物有害特性试验和有害成分监测分析方法，是在收集、研究了大量相关文献资料（如：美国 EPA 方法、日本 JIS 方法和相关文献）基础上，根据作者及其同事们的科研成果精心选编的。在筛选过程中，遵循的基本原则是：①所选试验和监测分析方法均经过实验室内和实验室间的验证比对实验，其出具的试验和分析结果能满足监测数据“五性”的质量要求。②既考虑了技术上的先进性，又考虑了实际应用中的可操作性。既体现该领域应该达到的装备水平，又考虑了我国现阶段的装备水平和现状能力。③方法的选择既有侧重和加强，又有淘汰。无机污染成分的分析以原子光谱分析技术为主，兼顾分光光度技术，侧重于原子吸收和原子荧光分光光度法，加强了现代 ICP-AES 方法和 ICP-MS 方法。有机污染成分的分析以色谱分析技术为主，保留了个别分光光度技术，侧重于气相色谱和高效液相色谱分析方法，加强了现代 GC-MS 方法。④有害特性试验方法侧重于固体废物的急性毒性、易燃性、反应性、腐蚀性、浸出毒性和遇水反应性，尚未涉及生态毒性、慢性毒性、放射性等毒性试验方法。

本书对从事固体废物危险特性鉴别与有害成分的日常监测分析以及从事相关环境影响评价、环保设施竣工验收、环境污染事故的调查与仲裁监测，以及相关环境科学研究的工作人员等，均有较高

的参考价值。

由于固体废物毒性试验鉴别和有害成分监测分析技术和方法仍在不断发展阶段，本书若有不当之处，恳请读者批评指正。

李国刚

2003年7月于北京

内 容 提 要

本书分七章介绍了固体废物有害特性试验与监测分析方法,第一章从固体废物有害特性试验与有害成分分析技术的发展历程、现状和趋势,指出了固体废物环境监测技术和监测分析方法的、意义和存在的问题,提出了中国固体废物环境监测的技术路线;第二章简要叙述了固体废物的定义和分类;第三章介绍了国内主要的固体废物环境污染控制标准,明确了固体废物环境监测的优先目标化合物;第四章介绍了固体废物样品的采集方法、样品制备方法和浸出液的制备及预处理方法;第五章介绍了固体废物 6 种有害特性的 12 种试验鉴别方法;第六章给出了固体废物中 36 大类近 120 种有害成分的 91 个监测分析方法,第七章简要介绍了固体废物监测分析的质量管理程序。书后附录给出了国外有关固体废物环境管理法规和标准等内容,并列出了 100 多篇主要参考文献。

本书可作为各级环境监测站、科研院所、各工矿企业从事环境监测工作者的重要参考书籍,亦可作为大专院校有关环境监测专业师生的参考资料。

目 录

第一章 导论	1
第一节 固体废物的环境污染与环境管理.....	1
一、固体废物的环境污染.....	1
二、固体废物的环境管理.....	3
第二节 固体废物的环境监测	13
一、固体废物的环境监测	13
二、固体废物环境监测的技术现状与发展趋势	18
三、中国固体废物环境监测技术现状	40
四、中国固体废物环境监测的技术路线	46
第二章 固体废物的定义与分类	69
第一节 固体废物的定义	69
一、固体废物	69
二、有害特性	70
三、其他相关术语和定义	71
第二节 固体废物的分类	71
一、应加控制的废物类别	71
二、须加特别考虑的废物类别	73
三、危险特性的等级分类	73
四、固体废物处置作业的分类	75
第三节 危险废物	76
第三章 固体废物环境污染控制标准	92
第一节 固体废物中污染物控制标准	92
一、《农用污泥中污染物控制标准》	92
二、《城镇垃圾农用控制标准》	93

三、《农用粉煤灰中污染物控制标准》	94
四、《含多氯联苯废物污染控制标准》	94
五、《进口废物环境保护控制标准》	94
第二节 评价·判断标准	98
一、《危险废物鉴别标准——急性毒性初筛》	98
二、《危险废物鉴别标准——浸出毒性鉴别》	98
三、《危险废物鉴别标准——腐蚀性鉴别》	98
第四章 固体废物试样的采样和制样方法	100
第一节 固体废物样品的采集	101
一、方案设计（采样计划制定）	101
二、采样技术	103
三、采样类型	107
四、安全措施	110
五、质量控制	110
第二节 固体废物的制样	111
一、方案设计（制样计划制定）	111
二、制样技术	112
三、安全措施	114
四、质量控制	114
五、样品保存	115
第三节 固体废物浸出液的制备方法	115
一、翻转法	115
二、水平振荡法	117
第四节 固体废物样品全量分析试液的前处理方法	119
一、非水液态废弃物样品的前处理方法	119
二、固态废物样品的前处理方法	122
第五节 待测液的前处理方法	124
一、采用 HCl 或 HNO ₃ 酸性煮沸方法	124
二、采用 HCl 或 HNO ₃ 分解法	124
三、采用 HNO ₃ -HClO ₄ 分解法	125

四、采用 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ 分解法	126
五、其他方法	126
第六节 日本产业废弃物浸出液及全量测试液制备方法	
简介	127
一、浸出液的制备	127
二、全量测试液的制备方法	128
第五章 固体废物有害特性的鉴别试验方法	131
第一节 急性毒性的初筛试验方法	131
第二节 易燃性的试验方法	132
第三节 腐蚀性的试验方法	134
第四节 反应性的试验方法	138
一、撞击感度测定法	138
二、摩擦感度测定法	140
三、差热分析测定法	141
四、爆发点测定法	142
五、火焰感度测定法	142
第五节 遇水反应性的试验方法	144
一、温升试验	144
二、释放出有害气体（乙炔、硫化氢、砷化氢、氰化 氢）试验方法	145
第六节 浸出毒性试验方法	152
第六章 固体废物有害成分的分析方法	153
第一节 烷基汞化合物	154
一、气相色谱法	154
二、薄层色谱分离-原子吸收法	158
第二节 汞及其化合物	161
一、冷原子吸收分光光度法	161
二、冷原子荧光光谱法	166
第三节 镉及其化合物	169
一、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	169

二、KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法	173
三、ICP-AES 发射光谱法	176
四、ICP-MS 法	180
第四节 砷及其化合物	182
一、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	182
二、氢化物发生-原子荧光光谱法	186
三、氢化物发生-原子吸收分光光度法	188
第五节 六价铬化合物	191
一、二苯碳酰二肼分光光度法	191
二、硫酸亚铁铵滴定法	194
三、APDC-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法	197
四、ICP-AES 发射光谱法	199
五、ICP-MS 法	199
第六节 铬及其化合物	199
一、二苯碳酰二肼分光光度法	199
二、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	201
三、硫酸亚铁铵滴定法	205
四、ICP-AES 发射光谱法	207
五、ICP-MS 法	208
第七节 铅及其化合物	208
一、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	208
二、KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法	208
三、ICP-AES 发射光谱法	208
四、ICP-MS 法	208
第八节 铜及其化合物	208
一、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	208
二、DDTC-乙酸丁酯萃取火焰原子吸收分光光度法	208
三、ICP-AES 发射光谱法	211
四、ICP-MS 法	211
第九节 锌及其化合物	211

一、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	211
二、DDTC-乙酸丁酯萃取火焰原子吸收分光光度法	211
三、ICP-AES 发射光谱法	212
四、ICP-MS 法	212
第十节 镍及其化合物	212
一、直接吸入火焰原子吸收分光光度法	212
二、丁二酮肟分光光度法	215
三、ICP-AES 发射光谱法	218
四、ICP-MS 法	218
第十一节 铈及其化合物	218
一、氢化物发生-原子吸收分光光度法	218
二、氢化物发生-原子荧光光谱法	221
三、火焰原子吸收分光光度法	223
四、5-Br-PADAP 分光光度法	225
第十二节 铍及其化合物	228
一、涂层石墨管原子吸收分光光度法	228
二、铍试剂Ⅲ分光光度法	230
第十三节 硒及其化合物	232
一、氢化物发生-原子荧光光谱法	232
二、氢化物发生-原子吸收分光光度法	234
第十四节 锡及其化合物	237
一、涂层石墨管原子吸收分光光度法	237
二、氢化物发生-原子荧光光谱法	239
第十五节 钒及其化合物	241
一、N-苯甲酰苯基羟胺/吡啶偶氮染料配体交换反应 萃取分光光度法	241
二、ICP-AES 发射光谱法	243
三、ICP-MS 法	243
第十六节 锰及其化合物	243
一、火焰原子吸收分光光度法	243

二、ICP-AES 发射光谱法	245
三、ICP-MS 法	245
第十七节 银及其化合物	246
一、HNO ₃ -KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法	246
二、流动注射在线富集火焰原子吸收分光光度法	248
第十八节 铋及其化合物	250
一、氢化物发生-原子荧光光谱法	250
二、氢化物发生-原子吸收分光光度法	252
三、氢化物发生-分光光度法	252
第十九节 钡及其化合物	254
一、火焰原子吸收分光光度法	254
二、ICP-AES 发射光谱法	256
第二十节 氟化物	256
第二十一节 氰化物	261
一、异烟酸-吡啶啉酮分光光度法	261
二、硝酸银容量法	266
第二十二节 硫化物	267
一、亚甲蓝分光光度法	267
二、碘量法	271
第二十三节 磷酸盐	273
第二十四节 硼	275
第二十五节 有机磷化合物	277
第二十六节 多氯联苯 PCBs	281
一、气相色谱法	281
二、薄层色谱法	284
第二十七节 挥发性有机化合物	287
一、吹脱-捕集/GC-MS 法	287
二、顶空/GC-MS 法	292
三、吹脱捕集/GC-FID 法	294
四、顶空/GC-ECD 法·顶空/GC-FID 法	295

五、溶剂萃取/GC-ECD 法	297
六、注意事项	299
第二十八节 氯代苯类化合物	301
一、气相色谱法——总量分析	301
二、气相色谱法——浸出毒性分析	304
第二十九节 有机氯农药类	306
第三十节 苯酚类化合物	311
一、气相色谱法——总量分析	311
二、气相色谱法——浸出毒性分析	313
第三十一节 多环芳烃类化合物	316
一、高效液相色谱法——总量分析	316
二、高效液相色谱法——浸出毒性分析	320
第三十二节 硝基苯类化合物	324
一、气相色谱-ECD 法	324
二、气相色谱-FPD 法	326
第三十三节 苯胺类化合物	328
一、气相色谱法——总量分析	328
二、气相色谱法——浸出毒性分析	330
第三十四节 酞酸酯类化合物	333
第三十五节 PCDDs 和 PCDFs	335
第三十六节 油分	356
第七章 固体废物监测分析的 QA/QC	359
一、质量保证与质量控制的目的	359
二、质量保证与质量控制的基本要求	359
三、质量保证计划	359
四、质量保证目标	359
五、采样过程中的质量控制	360
六、样品运输过程中的质量控制	362
七、样品交接与保存过程中的质量控制	362
八、制样过程中的质量控制	364

九、分析过程中的质量控制.....	365
十、分析数据的处理与检验.....	368
十一、监测全过程的样品监管程序（监管链）.....	369
十二、性能审核.....	370
十三、系统审核.....	370
十四、校正活动.....	371
十五、质量保证报告.....	372
附录	373
主要参考文献	389