

前　　言

本标准的全部技术内容为强制性。

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，防治工业废渣中有害物质对环境的污染，根据浸出试验、毒性研究和现场卫生学调查，并参考国外研究成果，制定本标准。

本标准从 2001 年 1 月 1 日起实施。

本标准的附录 A、附录 B 都是标准的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准负责起草单位：成都市卫生防疫站。

本标准主要起草人：陶锐、任玉贞。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

工业废渣中氰化物卫生标准

GB 18053—2000

Hygienic standard for cyanide in industrial waste

1 范围

本标准规定了工业生产中排放含氰化物废渣的卫生标准。

本标准适用于工业生产中,如低碳工件热处理、表面处理工艺废水处理后的底泥及其他含氰化物工业废渣。

2 标准内容

2.1 按本标准规定的浸出实验法,所得废渣浸出液中,氰化物(以 CN^- 计)卫生标准值规定为 $\leq 1.5 \text{ mg/L}$ 。

2.2 浸出实验方法:见附录 A(标准的附录)。

2.3 监测检验方法:见附录 B(标准的附录)。

附录 A (标准的附录)

取废渣样品,除去其中金属小渣后,粉碎过筛。取0.5~5 mm部分的样品10.0 g,加入pH为5.8~6.3的蒸馏水100 mL,于常温(20~25℃)、常压(约1个大气压)下。以频率200次/min、振幅40~50 mm连续振荡6 h。浸出液用中速滤纸过滤。滤液供氰化物测定用。

附录 B (标准的附录) 氟化物监测检验方法

B1 原理

样品在含有氯化镁的硫酸酸性溶液中蒸馏。无机氰化物以氰化氢蒸出。收集于氢氧化钠溶液中。氰离子在低于 pH8 的碱性溶液中，被氯胺 T 氧化成氯化氰。然后与吡啶-巴比妥酸反应，生成紫红色染料，比色测定。

B2 试剂

B2. 1 氯化镁溶液: 称取氯化镁($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)510 g, 溶于适量水中, 稀释至 1 000 mL。

B2.2 1+1 硫酸溶液。

B2.3 10%氢氧化钠溶液。

B2.4 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液

B2. 5 1 mol/L 磷酸二氢钠溶液: 称取磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)138 g, 溶于适量水中, 稀释至1 000 mL, 保存于冰箱内备用。

B2.6 1%氯胺T溶液,贮存于冰箱内,每周配制。

B2.7 吡啶-巴比妥酸溶液:称取巴比妥酸 15 g, 移入 250 mL 容量瓶内。用适量水洗涤容量瓶管壁, 并使全部巴比妥酸润湿, 加入吡啶 75 mL 混合。再加入浓盐酸 15 mL, 混匀。冷却至室温。最后用水稀释至刻度。混匀。

B2.8 试银灵指示剂：称取试银灵(对二甲氨基亚苄基罗丹宁)0.02 g，溶于100 mL丙酮中。

B2.9 0.019 2 mol/L 硝酸银标准溶液:准确称取 105~110℃ 干燥的硝酸银 3.2617 g, 溶于水中, 并稀释至 1 000 mL, 必要时用标准氯化钠溶液标定。方法如下:

氯化钠标准溶液配制:准确称取 500~600℃灼烧后的氯化钠 1.169 g 溶于水中,并稀释至 1 000 mL。此溶液的物质的量浓度为 0.020 0 mol/L。

吸取氯化钠标准溶液 20.0 mL, 置于磁蒸发皿内, 加水 20 mL, 另取水 40 mL 作为空白。分别加入 5% 铬酸钾溶液 1 mL, 用硝酸银标准溶液滴定, 至产生砖红色沉淀为止。

硝酸银浓度可由式(B1)得出。

式中: C_1 —硝酸银浓度, mol/L;

V——硝酸银标准液用量, mL;

0.02—氯化钠标准溶液浓度, mol/L;

20—所用氯化钠标准溶液体积, mL。

B2.10 氯化物标准贮备液:称取氯化钾 2.51 g 及氢氧化钾 2 g,溶于适量水中,并稀释至 1 000 mL,临用时标定其准确浓度。

标定方法：准确吸取氰化物标准贮备液 25.0 mL 于 150 mL 锥形瓶内。用 10% 氢氧化钠溶液调节 pH 至 11 以上。加试银灵指示剂 0.5 mL，用 0.019 2 mol/L 硝酸银溶液滴定至橙红色为终点。计算氰化物溶液浓度。0.019 2 mol/L 硝酸银溶液每毫升相当于 1.00 mg 氰化物 (CN)。

B2.11 氰化物标准使用液:准确吸取氰化物贮备液适量(含氰化物 10.0 mg),移入 1 000 mL 容量瓶内,用 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 10.0 μg 氰化物(CN^-)。再吸取此溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶内,用 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,混匀。此溶液每 1 毫升相当 1.0 μg 氰化物(CN)。

B3 仪器

B3.1 可见光分光光度计。

B4 分析步骤：

B4.1 试液制备:参照附录 A 项,准确吸取浸出液 100 mL,移入 1 000 mL 蒸馏瓶内,加水至 500 mL,然后加入氯化镁溶液 20 mL 及 1+1 硫酸 50 mL,加热蒸馏。馏出液收集于盛有 25 mL 10% 氢氧化钠溶液的 250 mL 容量瓶内,收集馏出液至刻度,混匀后供测定用。

B4.2 测定:准确吸取浸出液适量,移入 50 mL 具塞比色管内,用 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液稀释至 20 mL,加入磷酸盐缓冲溶液 15 mL。充分混合。加 1% 氯胺 T 溶液 2 mL 充分混合。立即加入吡啶-巴比妥酸溶液 5 mL,再次混合,用水稀释至刻度,充分混合后显色 8 min。以试剂空白为对照,用 1 cm 比色皿,于波长 578 nm 处测定吸光度(在 7 min 内测定完毕)。从标准曲线查出相当氯化物的量。

B4.3 标准曲线制备: 分别吸取每毫升含氯化物 $1 \mu\text{g}$ 的标准使用液 $0.0, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00$ 及 6.00 mL 置于 50 mL 具塞比色管内, 并用 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液分别稀释至 20 mL 。以下步骤按 B4.2 项操作。绘制吸光度-氯化物浓度关系曲线。

B4.4 结果计算

废渣中氰化物(以 CN^- 计)按式(B2)计算:

式中： C_2 ——废渣中氰化物浓度，mg/kg；

A—相当氯化物标准含量, μg ;

V——测定分取试液体积, mL;

250—待测试液总体积, mL;

100——干样品重,g。

B5 精密度和准确度

本方法精密度以相对标准偏差表示，在 $0.2\sim 6 \mu\text{g}$ 氰化物范围内，重复7次测定其值为4.0%~0.6%；准确度以加标回收率表示，测得回收率为96%~101%。