

# 团 体 标 准

T/CCAA XX—202X

## 冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 典型重金属污染固化/稳定化修复长效性 评估技术规范-冻融加速暴露法

Quality control and evaluation of heavy metals in tailings reservoirs and slag disposal sites of metallurgical industry—Technical specification for long-term evaluation of solidification/stabilization efficiency for typical heavy metals-freeze/thawing accelerated exposure method

（征求意见稿）

202X—XX—XX 发布

202X—XX—XX 实施

中国认证认可协会 发布



# 目 次

目 次 .....	I
前 言 .....	II
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 术语和定义 .....	3
4 原理 .....	4
5 试剂及设备 .....	4
6 试验步骤 .....	4
7 修复效果评估时间确定 .....	4
8 目标污染物种类 .....	5
9 浸出标准值 .....	5
10 质量保证 .....	5

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本文件由中国认证认可协会提出并归口。

本文件起草单位：南京师范大学、中国标准化研究院、中钢集团马鞍山矿山研究总院股份有限公司、中国计量科学研究院、生态环境部南京环境科学研究所、安徽铜冠有色金属（池州）有限责任公司、江苏省苏州环境监测中心等

本文件主要起草人：王风贺、李继宁、兰韬、李书钦、巢静波、李海峰、何跃、闫一凡、江少杰、陆家骝

# 冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 典型重金属污染固化/稳定化修复长效性评估 技术规范-冻融加速暴露法

## 1 范围

本技术规范规定了冶金行业选冶渣场典型重金属污染固化/稳定化修复长效性评估技术规范-冻融加速暴露法的内容、程序、方法和技术要求。

本标准适用于典型冶金行业选冶废渣固化/稳定化修复工程效果的评估、验收。

本标准作为浸出毒性评价标准。

本标准适用于选冶废渣固化/稳定化修复后的处置/再利用方案场景处于非饱和带且受冻融作用及降雨或地表水浸沥。

## 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 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 557-2010 固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法

GB 3838-2002 地表水环境质量标准

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### **选冶废渣 tailings and slag**

选冶废渣是指冶金工业生产过程中产生的各种固体废弃物。

### 3.2

#### **固化/稳定化 solidification/stabilization**

固定是通过把污染物封装在惰性基材中或在污染物外面加上低渗透性的材料，来减少污染物的淋滤面积以达到限制污染物释放和迁移的目的；稳定化是从改变污染物的有效性出发，将污染物转化为不易溶解、迁移能力或毒性更小的形式。

### 3.3

#### **非饱和带处置/再利用方案场景 unsaturated zone disposal/reuse scenarios**

本标准泛指修复后废渣处于地下潜水面以上的地带，具体场景包括不规范填埋处置、填埋场封场覆土、现场回填、路基用土、园林绿化用土、固化护坡等，废渣孔隙内含有空气，未被水充满；与处于地下潜水面的饱和带相对应，地下水位是饱和带与非饱和带的分界线。

### 3.4

#### **冻融加速暴露 freeze/thawing accelerated exposure test**

在实验室尺度上通过人为促进，模拟冻融作用对选冶废渣中重金属长期释放能力的影响。

## 4 原理

本方法将批次浸出实验(Sequential leaching test, SLT)整合到加速暴露试验中,利用水作为浸提剂,结合冻融试验,对选冶废渣进行连续多次提取,模拟废渣中重金属的长期(几十年甚至几百年)释放规律和浸出风险。该酸雨加速暴露方法具有操作成本低、实验时间短、重复性好等优点。

## 5 试剂及设备

### 5.1 浸提剂

水, GB/T 6682, 二级。

### 5.2 设备

5.2.1 实验天平: 精度为 $\pm 0.01$  g;

5.2.2 自动冻融箱: 冰冻温度可达 $-20^{\circ}\text{C}$ 以下, 解冻温度可达 $20^{\circ}\text{C}$ 以上, 可自动循环且时间可控;

5.2.3 提取容器: 2 L 具旋盖和内盖的广口瓶, 提取瓶可使用玻璃瓶或聚乙烯(PE)瓶;

5.2.4 振荡设备: 频率可调的往复式水平振荡装置;

5.2.5 过滤装置: 真空过滤器或正压过滤器: 容积 $\geq 1$  L; 滤膜: 玻纤滤膜或微孔滤膜, 孔径 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ ;

5.2.6 其它容器: Teflon 筛网, 孔径 $9.5\text{ mm}$ ; 烧杯或锥形瓶; 直径可盖住烧杯或锥形瓶的表面皿。

## 6 试验步骤

### 6.1 含水率测定

称取 $50\text{--}100\text{ g}$ 风干废渣样品置于具盖容器中, 于 $105^{\circ}\text{C}$ 下烘干, 恒重至两次称量值的误差小于 $\pm 1\%$ , 计算样品含水率。进行含水率测定后的样品, 不得用于加速暴露试验。

### 6.2 样品破碎

风干废渣样品颗粒应可以通过 $9.5\text{ mm}$ 孔径的筛, 对于粒径大的颗粒可通过破碎、切割或碾磨降低粒径。

### 6.3 冻融加速暴露试验

6.3.1 称取 $20\text{--}100\text{ g}$ 样品, 置于 $2\text{ L}$ 提取瓶(5.2.3)中, 加入水至废渣的最大持水量为止, 置于自动冻融箱进行冻融处理, 冰冻温度为 $-20^{\circ}\text{C}$ , 解冻温度为 $20^{\circ}\text{C}$ , 各自持续 $3\text{ h}$ , 共 $6\text{ h}$ 一个循环。冻融循环 $n$ 次( $n$ 为废渣所在区域历史平均年冻融循环次数)后, 根据样品的含水率, 按液固比为 $10:1(\text{L/kg})$ 计算出所需浸提剂的体积, 加入浸提剂, 盖紧瓶盖后垂直固定在水平振荡装置(5.2.4)上, 调节振荡频率为 $110\pm 10$ 次/min, 振幅为 $40\text{ mm}$ , 于 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下振荡 $8\text{ h}$ 后取下提取瓶, 静置 $16\text{ h}$ 。在振荡过程中有气体产生时, 应定时在通风橱中打开提取瓶, 释放过度的压力。

6.3.2 在压力过滤器上装好滤膜, 用稀硝酸淋洗过滤器和滤膜, 弃掉淋洗液, 过滤并收集浸出液, 于 $4^{\circ}\text{C}$ 下保存。

6.3.3 浸出残渣保留在提取瓶中, 继续进行冻融循环和浸提步骤(6.3.1)、固液分离步骤(6.3.2), 重复次数按效果评估时间(单位为年)决定。

6.3.4 除非消解会造成待测金属的损失, 用于金属分析的浸出液应按分析方法的要求进行消解。

## 7 修复效果评估时间确定

基础数据准备: 选冶废渣所在地区历史平均年冻融循环次数 $n$ 。

修复效果预期评估年数即为冻融加速暴露试验重复浸提的次数。

## 8 目标污染物种类

目标重金属包括总铅、总砷、总镉、总汞、六价铬、总铜、总锌、总硒。

## 9 浸出标准值

冻融加速暴露每步浸提液中任何一种重金属含量不超过表1中所列浓度限制，则判定改选冶废渣固化稳定化修复效果达标。

**表1 重金属浸出含量标准**                      **单位：mg/L**

序号	污染物	浓度限值（mg/L）
1	总铅（以总铅计）	0.05
2	总砷（以总砷计）	0.1
3	总镉（以总镉计）	0.005
4	总汞（以总汞计）	0.001
5	六价铬	0.05
6	总铜（以总铜计）	1.0
7	总锌（以总锌计）	2.0
8	总硒（以总硒计）	0.02

## 10 质量保证

### 10.1 分析仪器

分析仪器应经过国家计量认证，并在有效期内使用。

### 10.2 浸出空白

每做 20 个样或每批样品（样品量少于 20 个时）至少做一个浸出空白。

### 10.3 加标回收

每批样品至少做一个加标回收样品。取过筛后的待测样品，分成相同的两份，向其中一份加入已知量的待测物质，按照规定步骤进行浸提分析，计算待测物的百分回收。

### 10.4 加速暴露试验规定时间

样品的最大保留时间：从预处理到定量分析为180天。