

GB 5086.1—1997

前 言

为配合《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》的实施，加强对危险废物的污染防治，保护环境和人体健康，特依据《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》制定本标准。

本标准自1998年7月1日起实施。

本标准首次发布1997年12月22日。

本标准为固体废物浸出毒性浸出方法的首选方法。

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准起草单位：清华大学核能技术设计研究院、北京市环境保护监测中心、中国环境监测总站、天津市环境保护科学研究所、能源部电力环境保护研究所。

本标准主要起草人：吴天宝、孙秀芝、王素芳、苏华青、荣鸿敏、王明杰

本标准由国家环境保护局负责解释。

中华人民共和国国家标准

固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法

GB 5086.1—1997

Test method standard for leaching toxicity of solid wastes
Roll over leaching procedure

1 范围

本标准规定了固体废物的浸出毒性浸出程序及其质量保证措施。

本标准适用于固体废物中无机污染物（氟化物、硫化物等不稳定污染物除外）的浸出毒性鉴别，亦适用于危险废物贮存、处置设施的环境影响评价。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应按最新版本执行。

GB 5085.3—1996 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别

GB/T 15555.1～15555.12—1995 固体废物 浸出毒性测定方法

3 定义

3.1 固体废物

固体废物，是指在生产建设、日常生活和其他活动中产生的污染环境的固态、半固态废弃物。

3.2 危险废物

本标准所称的危险废物，是指列入国家危险废物名录或者根据国家规定的危险废物鉴别标准和鉴别方法认定的具有危险特性的废物。

3.3 浸出毒性

本标准所称的浸出毒性，是指按规定的浸出程序，对固体废物进行浸出试验，浸出液中有一种或一种以上的污染物浓度超过 GB 5085.3—1996《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》所规定的阈值，则该废物被确定为具有浸出毒性。

4 浸出程序

4.1 制样

4.1.1 按照附录 A 有关生活垃圾进行采样制样，将样品制成 5 mm 以下粒度的试样。

4.1.2 水分测定

根据废物的含水量情况，称取 20～100 g 样品，于预先干燥恒重的具盖容器中（注意容器的材料必须与废物不发生反应），于 105 °C 下烘干，恒重至±0.01 g，计算废物含水率。进行水分测定后的样品，不得用于浸出毒性试验。

4.2 浸出方法

4.2.1 仪器与材料

国家环境保护局 1997-12-22 批准

1998-07-01 实施

4.2.1.1 浸取容器：1 L 具密封塞高型聚乙烯瓶（当对大批量样品做浸出毒性试验时，可利用大的具密封塞比色管做为浸取容器）。

4.2.1.2 浸取装置：转速为 $30 \pm 2 \text{ r/min}$ 的翻转式搅拌机。

4.2.1.3 浸取剂：去离子水或同等纯度的蒸馏水。

4.2.1.4 滤膜：0.45 μm 微孔滤膜或中速蓝带定量滤纸。

4.2.1.5 过滤装置：加压过滤装置或真空过滤装置，对难过滤的废物也可采用离心分离装置。

4.2.2 浸取条件

4.2.2.1 试样干基重量为 70.0 g

4.2.2.2 固液比为 1:10。

4.2.2.3 翻转频率为 $30 \pm 2 \text{ r/min}$ 。

4.2.2.4 搅拌浸取时间为 18 h。

4.2.2.5 静置时间为 30 min。

4.2.2.6 试验温度为室温。

4.2.3 操作步骤

4.2.3.1 称取干基试样 70.0 g，置于 1 L 浸取容器中，加入 700 ml 浸取剂，盖紧瓶盖后固定在翻转式搅拌机上，调节转速为 $30 \pm 2 \text{ r/min}$ ，在室温下翻转搅拌浸取 18 h 后取下浸取容器，静置 30 min，于预先安装好滤膜（或者滤纸）的过滤装置上过滤。收集全部滤出液，即为浸出液，摇匀后供分析用。如果不能马上进行分析，则浸出液按 GB/T 15555.1～15555.12—1995《固体废物 浸出毒性测定方法》中的各个待分析污染物规定的保存方法进行保存。

4.2.3.2 如果样品的含水率大于等于 91% 时，则将样品直接过滤，收集其全部滤出液，供分析用。

4.2.3.3 如果样品的含水率较高但小于 91% 时，则在浸出试验时应根据样品中的含水量，补加与按规定固液比计算所需浸取剂量相差的数量的浸取剂后，再按 4.2.3.1 程序进行。

4.2.3.4 本标准用于危险废物贮存、处置设施的环境影响评价时，应根据当地的降水、地表径流及地下水的水质和水量选择相应 pH 的浸取剂，按 4.2.3 进行浸取试验。

5 质量保证

5.1 每批样品（最多 20 个样品）至少做一个浸出空白。

5.2 每批样品至少做一个加标回收样品。

5.3 对每批滤膜均应做吸收或溶出待测物实验。

5.4 在浸取过滤时，每个浸取容器中的液相部分必须全部通过过滤装置，并且必须收集全部滤出液，摇匀后供分析用。

5.5 样品必须在保存期内完成浸出毒性试验和分析测定。

5.6 做浸出试验的每批样品，按照浸取程序做平行双样率不得低于 20%。

5.7 浸出空白、加标样品、平行双样测得结果不得大于方法规定的允许差。

5.8 填写好浸出试样记录，保存全部质量控制资料，以备查阅或审查。

附录 A (标准的附录)

生活垃圾采样制样

1 采样

A1.1 方案设计 (采样计划制定)

在采样前,首先应进行采样方案(采样计划)设计。方案内容包括采样目的、背景调查和现场踏勘、采样程序、质量控制、采样记录和报告等。

A1.1.1 采样目的

采样的基本目的是:从一批生活垃圾中,采集有代表性的样品,通过试验分析,获得在允许误差内的数据。在设计采样方案时,应首先明确以下具体目的和要求:

- 调查研究物理组成、物理性质、化学性质;
- 研究综合利用和综合治理的技术和方法;
- 制定综合利用和综合治理的规划;
- 环境污染监测;
- 环境影响评价。

A1.1.2 背景调查和现场踏勘

明确了采样目的后,要了解以下背景资料并进行现场踏勘:

- 产生生活垃圾的人口数、户型数(燃煤户、半燃煤户、不燃煤户)和网点单位数及其分布;
- 产生生活垃圾地区的功能特点(居民区、工业区、商业区等);
- 生活垃圾收集、运输、利用、处置(堆存、填埋、堆肥、焚烧等)方式;
- 采样、制样、试验、分析、监测等历史资料;
- 试验、分析、监测的要求和允许误差;
- 对堆存、处置等场所进行现场踏勘,了解周围环境和现场情况。

A1.1.3 采样程序

采样按以下几个步骤进行

- 确定批生活垃圾;
- 选派采样人员;
- 制定安全和质量控制措施;
- 确定:采样法;
- 确定份样数(子份样数);
- 确定份样量(子份样量);
- 确定采样点(采样位置);
- 选择采样工具;
- 采样;
- 组成小样或大样。

A1.1.4 采样记录或报告

采样记录是记录整个采样过程的原始资料,应予以特别重视。应记录采样的目的和要求、生活垃圾的产生和处置状况、采样全过程(工具、份样数、份样量、采样点、采样法、采样人、采样日期、天气状况、垃圾外观描述等)。必要时,可根据记录编写采样报告。

A1.2 采样

A1.2.1 采样工具

- a) 采样车;

- b) 采样锹;
- c) 采样筐;
- d) 采样夹;
- f) 采样耙;
- g) 磅称、台称;
- h) 采样袋;
- i) 地板革;
- j) 手锤。

A1.2.2 一次样品的采集

A1.2.2.1 居民生活垃圾采样

A1.2.2.1.1 采样方法

a) 简单随机采样法。

抽签法：把批中的全部收集点、站、箱等进行编号，同时把号码写在纸片上；掺和均匀后，从中随机抽取规定份样数量的纸片，抽中的号码，就是应采样的收集点、站、箱的编号。

随机数字表法：把批中的全部收集点、站、箱等进行编号，有多少收集点、站、箱就编多少号，最大编号是几位数，就使用随机数字表的几栏（或几行），并把几栏（或几行）并在一起使用。然后从随机数字表的任意一栏、任意一行数字开始数，可以向任何方向数过去，碰到小于或等于最大编号的数码就记下来，直到采够规定的份样数量为止。采中的号码，就是应采样的收集点、站、箱等的编号。

生活垃圾采样是不重复采样，使用随机数字表时，碰到已抽过的数码就不要它，再继续往下找。

b) 等距采样法（系统采样法）

将批的全部收集点、站、箱等按一定（方向或区域）顺序排列起来，每隔一个采样间隔就采一个收集点、站、箱等，共采规定份样数量个。份样间的间隔按式（1）算出：

$$T \leq \frac{m_0}{m} \quad (1)$$

式中： T ——采样间隔，个；小数进整数；

m_0 ——批中的收集点、站、箱等总个数，个；

m ——规定份样数。

c) 分层采样法

把确定的份样户数根据燃煤户、半燃煤户、不燃煤户三种户型的比例进行加权分配，户型户数份样数按式（2）计算：

$$n_i \geq n \cdot \frac{N_i}{\sum_{i=1}^3 N_i} \quad (2)$$

式中： n_i ——第 i 户型最少应采居民户数，户；小数进整数；

n ——最少应采居民户数，户；

N_i ——第 i 户型的居民总户数，户。

应采户型收集点、站、箱等数按式（3）行算：

$$m_i \geq \frac{n_i}{k_i} \quad (3)$$

式中： m_i ——第 i 户型应采收集点、站、箱数，个；小数进整数；

n_i ——第 i 户型应采最少居民户数；

k_i ——第 i 户型收集点、站、箱平均服务居民户数，户。

A1.2.2.1.2 份样数

应采样的最少居民人口数，按（4）式计算：

$$R \geq 0.5R\% \quad (4)$$

应采样的最少居民户数按(5)式计算：

$$n \geq 1/3R \quad (5)$$

应采样的居民生活垃圾收集点、站、箱最少个数按(6)式计算：

$$m \geq n/k \quad (6)$$

式中：
R——采样的最少居民人口数，人；

R₀——待采样城市的人口数，人；

n——应采样的最少的居民户数，户；小数进整数；

k——收集点、站、箱的平均服务居民户数，户；

m——应采样的收集点、站、箱数，个；小数进整数。

A1.2.2.1.3 份样量

确定为采样点的每一个收集点、站、箱在24h内收集的生活垃圾（要防止捡拾人员从中拾走任何组份）。

A1.2.2.1.4 采样点

全部生活垃圾收集点、站、箱都可做为采样点，可按1.2.2.1.1随机确定采样点。

A1.2.2.1.5 物理组分测定

在每个采样点上，对24h内收集到的生活垃圾按要求进行组分分类，分别称重、记录、计算。在此基础上，可进行二次样品的采集。

A1.2.2.1.6 采样频率

每年至少采样12次，可以每月最少采样一次，也可每季度连续采样最少3天。采样时，应避开大风、雨、雪天气。

A1.2.2.2 非居民生活垃圾采样

A1.2.2.2.1 采样法

a) 简单随机采样法

抽签法：把批中的全部网点、单位等进行编号，同时把号码写在纸片上；掺和均匀后，从中随机抽取规定份样数量的纸片，抽中的号码，就是应采样的网点、单位的编号。

随机数字表法：把批中的全部网点、单位等进行编号，有多少网点、单位就编多少号，最大编号是几位数，就使用随机数字表的几栏（或几行），并把几栏（或几行）并在一起使用。然后从随机数字表的任一栏、任意一行数字开始数，可以向任何方向数过去，碰到小于或等于最大编号的数码就记下来，直到采够规定的份样数量为止。采中的号码，就是应采样的网点、单位的编号。

生活垃圾采样是不重复采样，使用随机数字表时，碰到已抽过的数码就不要它，再继续往下找。

b) 等距采样法（系统采样法）

将批的全部网点、单位等按一定（方向或区域）顺序排列起来。每隔一个采样间隔就采一个网点、单位，共采规定份样数量个。份样间的间隔按式(7)算出：

$$T \leq \frac{m_0}{m} \quad (7)$$

式中：T——采样间隔，个；小数进整数；

m₀——批中的网点、单位总个数，个；

m——规定份样数。

c) 分层采样法

把确定的份样数，根据网点、单位的类型或大小按比例进行加权分配，确定各种类型网点、单位份样数，按式(8)进行计算：

$$n_i \geq n \cdot \frac{N_i}{\sum_{i=1}^m N_i} \quad (8)$$

式中: n_i —第 i 类型网点、单位最少应采样的个数, 个; 小数进整数;

n —最少应采样的网点、单位总个数, 个;

N_i —第 i 类型网点、单位总个数, 个;

m —按类型、大小等分类的种类数。

A1.2.2.2.2 份样数

对于商饮服务行业, 最少采样份样数应不少于服务网点总数的 0.5% 个。

对于医院, 最少采样数不少于医院总数的 5% 个。

对于科研、文教、卫生(医院除外)事业单位, 最少采样份样数应不少于各个部门单位总数的 1% 个。

A1.2.2.2.3 份样量

确定为采样点的每一个单位在 24h 内收集的生活垃圾(要防止捡拾人员从中拾走任何组分)。

A1.2.2.2.4 采样点

批中的全部网点、单位都可做为采样点, 可按 1.2.2.1 随机确定采样点。

A1.2.2.2.5 物理组份测定

在每个采样点上, 对 24h 内收集到的生活垃圾按要求进行组分分类, 分别称重、记录、计算。在此基础上, 可进行二次样品的采集。

A1.2.2.2.6 采样频率

每年至少采样 12 次, 可以每月至少采一次, 也可每季度连续采样最少 3 天。应避开大风、雨、雪天气。

A1.2.2.3 垃圾运输车采样

A1.2.2.3.1 份样数

对多台垃圾车, 应分两阶段采样。首先从全部垃圾车 N_0 个中随机抽取 n_1 台, 然后再从 n_1 台中的每一台采 n_2 个份样。

推荐当 $N_0 \leq 6$ 时, 取 $n_1 = N_0$; 当 $N_0 > 6$ 时, n_1 按式 (9) 计算:

$$n_1 \geq 3 \cdot \sqrt[3]{N_0} \quad (\text{小数进整数}) \quad (9)$$

推荐第二阶段采样数 $n_2 \geq 3$, 即从 n_1 台车中每台车上随机最少采取上、中、下三个份样。

A1.2.2.3.2 份样量

每个份样量最少为 10 kg。

A1.2.2.3.3 采样点

份样的采取, 原则上应从垃圾车装卸过程中新露出的断面上随机定点采份样。

在垃圾车上采样时, 可采用立体对角线布点法确定上、中、下三个采样点(采样位置), 见图 1。

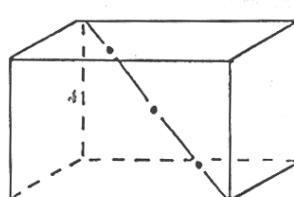


图 1 立体对角线确定采样点

A1.2.2.3.4 采样法

图 1 中共有 4 条对角线, 可按简单随机采样法的抽签法, 随机确定一条对角线, 按上、中、下三点

采样。

A1.2.2.3.5 物理组分的测定

把每个份样，按要求进行组分分类，把各类组分分别合并、称重、记录、计算。在此基础上，可进行二次样品的采集。

A1.2.2.4 堆存场和填埋场的生活垃圾采样

A1.2.2.4.1 采样法

抽签法：把可做为采样点的全部点进行编号，同时把号码写在纸片上，掺和均匀后，从中随机抽取规定数量的纸片，抽中的号码，就是应采样的编号。

随机数字表法：把可做为采样点的全部点进行编号，有多少采样点就编多少号，最大编号是几位数，就使用随机数字表的几栏（或几行），并把几栏（或几行）并在一起使用。然后从随机数字表的任意一栏、任意一行数字开始数，可以向任何方向数过去，碰到小于或等于最大编号的数码就记下来，直到采够规定的份样数量为止。采中的号码，就是应采样的点编号。

生活垃圾采样是不重复采样，使用随机数字表时，碰到已抽过的数码就不要它，再继续往下找。

A1.2.2.4.2 份样数

根据生活垃圾批量大小，按表2确定最少份样数。

表2 批量与最少份样数

批 量 大 小 (t)	最 少 份 样 数 (个)
≤5	5
5~50	10
50~500	20
500~5,000	30
5,000~50,000	40
50,000~500,000	50
500,000~1,000,000	60
≥1,000,000	70

A1.2.2.4.3 份样量

每个份样量最少为20 kg。

A1.2.2.4.4 采样点

对角线型、梅花型、棋盘型、蛇型等点分布都可作为采样点（采样位置）。

A1.2.2.4.5 物理组分测定

把每个份样，按要求进行组分分类，把各类组分分别合并、称重、记录、计算。在此基础上可进行二次样品的采集。

A1.2.3 二次样品的采集

A1.2.3.1 容重测定样品的采集

A1.2.3.1.1 子份样量

在每个一次样品采集点，均应按要求现场测定容重。测容重的容器为有效高度100 cm、容积100 L的硬质塑料圆桶。每个子份样量就是装满这个容器（可稍加振动但不许压实）的量。

A1.2.3.1.2 采子份样点

与一次样品采样点相同。

A1.2.3.1.3 采子份样法

在每个一次样品采样点，对每种组分都要分别充分混合，然后分别盛满测容重的容器。

A1.2.3.2 含水率测定样品的采集

A1.2.3.2.1 子份样数

按在每个一次样品采样点，每种组分均分别采集一个子份样。

A1.2.3.2.2 子份样量

在每个一次样品采样点，按（10）式计算渣土组分子份样量：

$$Q \geq 0.06d \quad (10)$$

式中： Q ——最低采样量，kg；

d ——最大粒度直径，mm；

0.06——缩分系数。

其余各组分子份样量按其在物理组分中所占比例根据渣土子份样量计算。

A1.2.3.2.3 采子份样点

与一次样品采样点相同。

A1.2.3.2.4 采子份样法

在每个一次样品采样点，对每种组分分别充分混合，缩分，直至达到子份样量为止。

A1.2.3 化学性质测定样品的采集

A1.2.3.1 子份样数

同 A1.2.3.2.1。

A1.2.3.2 子份样量

同 A1.2.3.2.2。

A1.2.3.3 采子份样点

同 A1.2.3.2.3。

A1.2.3.4 采子份样法

同 A1.2.3.2.4。

A1.2.4 质量控制

A1.2.4.1 为保证在允许误差范围内获得生活垃圾的具有代表性的样品，在采样全过程中，应实行质量控制。

A1.2.4.2 在采样前，应设计详细的采样方案（采样计划）；在采样过程中，应认真按采样方案进行操作。

A1.2.4.3 对采样人员应进行培训，使其熟悉生活垃圾性状，掌握采样技术，懂得安全操作知识和处理方法。

A1.2.4.4 采样工具应清洁、干燥、不污染样品。

A1.2.4.5 采样过程中，应防止样品损失和污染。

A1.2.4.6 样品运输过程中，要防止交叉污染和损失。

A1.2.4.7 填写好、保存好采样记录和采样报告。

A1.2.4.8 采样全过程应由专人负责。

A2 制样

A2.1 制样方案

在生活垃圾制样前，应首先进行制样方案（制样计划）设计。方案内容包括制样目的和要求、制样程序、质量控制、制样记录和报告等。

A2.1.1 制样目的

制样的目是从采取的小样或大样中获取最佳量的、具有代表性的、能满足试验和分析要求的样品。对于生活垃圾，只有进行化学性质测定，才进行制样。

A2.1.2 制样程序

制样按以下步骤进行：

- 选派制样人员；
- 确定渣土组分的小样或大样的最大粒度直径；
- 明确制样目的和要求；
- 制定质量控制措施；
- 选择制样工具；
- 制样；
- 送检和保存。

A2.2 制样

A2.2.1 制样工具

- a) 粉碎机；
- b) 药碾；
- c) 玛瑙研钵；
- d) 分样筛: 22.4 mm、10 mm、1 mm；
- e) 十字分样板；
- f) 盛样容器；
- g) 干燥箱；
- h) 马福炉；
- i) 天平。

A2.2.2 各组分样品的制备

样品制备包括以下三个不同操作（必要时须进行预先干燥）。

粉碎：经粉碎或研磨以减小样品的粒度。

混合：使样品达到均匀。

缩分：将样品缩分成二份或多份，以减少样品质量。

以上三项操作进行一次即组成样品制备的一个阶段。

A2.2.2.1 样品的混合

首先把从一次样品中（同类型采样点）采取的二次样品的各子份样按类分别混合（10次），分别组成小样或大样，粉碎、缩分、再混合（10次）；直至达到要求的量和粒度关系及分析所要求的试样。有条件的实验室可采用机械混合，一般可采用手工转堆混合。

A2.2.2.2 样品的粉碎

对于渣土组分样品，首先用手锤把大样品击碎；然后把全部渣土样品用药碾碾碎；最后用粉碎机或玛瑙研钵研磨成分析项目所需试样。

对于纸、橡胶塑料、纤维、草木竹等组分样品，要用剪刀反复剪碎、混合、缩分直至达到小于1 cm×1 cm的小块。

对于厨芥类组分样品，可如渣土一样粉碎，也可像纸类样品一样剪碎。

有条件的实验室可以用机械设备粉碎各类样品。

A2.2.2.3 样品的缩分

圆锥四分法：将样品置于洁净、平整的地板革上，堆成圆锥形，每铲向圆锥顶尖落下，使均匀地沿锥尖散落。注意勿使圆锥中心错位，如此反复至少转堆三次，使充分混均，然后将圆锥顶尖压平成圆片，用十字分样板向下压下，分成四等份，任取二个对角的等分，重复操作数次，缩分至不少于该粒度下的最少留量。

缩分过程中，渣土组分保留量应符合式（10）要求。其他各组分的保留量，应根据其在物理组成中所占比例，按渣土在物理组分中所占比例和保留量，相应地计算。

A2.2.2.4 质量控制

A2.2.2.4.1 为保证在允许误差范围内获得生活垃圾的具有代表性的样品，在制样全过程中，应实行质

量控制。

A2.2.2.4.2 在制样前，应设计详细的制样方案（制样计划）；在制样过程中，应认真按制样方案进行操作。

A2.2.2.4.3 对制样人员应进行培训，使其熟悉生活垃圾性状、掌握制样技术、懂得安全操作知识和处理方法。

A2.2.2.4.4 制样工具应清洁、干燥、不污染样品。

A2.2.2.4.5 制样过程中，应防止样品损失、变化和污染。

A2.2.2.4.6 样品贮存过程中，要防止交叉污染和损失。

A2.2.2.4.7 填写好、保存好制样记录和制样报告。

A2.2.2.4.8 制样全过程应由专人负责。

A2.2.2.4.9 样品撤销时，不许随意丢弃，应送回垃圾箱或处置场。

A3 注释

A3.1 生活垃圾（城市生活垃圾）：是指在城市日常生活中或者为城市日常生活提供服务的活动中产生的固体废物以及法律、行政法规规定视为城市生活垃圾的固体废物。

A3.2 批：确定时空条件下的一定质量的生活垃圾。

A3.3 批量：构成一批的生活垃圾的质量。

A3.4 份样：由批中的一个点或一个部位按规定质量取出的样品。

A3.5 份样量：构成一个份样的生活垃圾的质量。

A3.6 份样数：从一批中所采取的份样个数。

A3.7 子份样：根据需要将份样分成若干个适当质量的样品。

A3.8 子份样量：构成一个子份样的生活垃圾的质量。

A3.9 子份样数：从份样中所采取的子份样个数。

A3.10 小样：由批中的二个或二个以上的子份样或份样或逐个经过粉碎和缩分后组成的样品。

A3.11 大样：由批的全部子份样或份样或逐个经过粉碎和缩分后组成的样品。

A3.12 一次样品：为推断批的物理组分而采取的样品。

A3.13 二次样品：为推断批的物理性质、化学性质所采取的样品。

A3.14 样品制备：把样品处理成供分析或试验用的过程，包括样品的预干燥、粉碎、筛分、混合、缩分。

A3.15 最大粒度：筛余量约5%时的筛孔尺寸。