

中国循环经济协会团体标准
《生活垃圾焚烧炉协同处置含六溴环十二
烷废物技术规范》

编 制 说 明
(征求意见稿)

《生活垃圾焚烧炉协同处置含六溴环十二烷废物技术规范》

编制组

二零二五年八月

一、工作简况

1.1 任务来源

六溴环十二烷（Hexabromocyclododecane，简称 HBCD）是一种脂环族溴代阻燃剂，广泛应用于建筑行业的保温材料中，随着建筑拆除增加，含 HBCD 废弃物随之增多，预计逐渐增加至 50 万吨/年。国务院发布的《新污染物治理行动方案》指出要深化末端治理，降低新污染物环境风险。生活垃圾焚烧已成为我国垃圾处理的主流工艺，并在严格执行《生活垃圾焚烧污染控制标准》的基础上，通过“装、树、联”等监管措施，配备完善的烟气处理设施，能够有效控制酸性气体、氮氧化物、重金属和二噁英的达标排放。HBCD 废物一般从建筑物上拆除产生，具有偶发性的特点。而国内多数城市都建成了生活垃圾焚烧处理设施，生活垃圾焚烧协同处置技术有成为 HBCD 废弃物的潜在处置技术。

生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物技术目前在中国的应用尚处于起步阶段。为了规范该技术的应用，并确保处理过程的环境安全和资源高效利用，亟需制定《生活垃圾焚烧炉协同处置含六溴环十二烷废物技术规范》，为行业提供技术指导。

基于此背景，由浙江大学等单位负责组织《生活垃圾焚烧炉协同处置含六溴环十二烷废物技术规范》协会标准的起草编制工作，规范包括生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物过程中的协同处理要求、含 HBCD 废物的检测分析、运行技术要求、污染控制要求、监测要求等内容。本协会标准由芜湖绿洲环保能源有限公司、杭州科晟能源技术有限公司等单位共同协作完成。

1.2 必要性与可行性

六溴环十二烷（HBCD）作为一种持久性有机污染物，具有高毒性、生物蓄积性和远距离迁移性，在环境中难以降解，会对生态系统和人体健康造成潜在危害。随着我国对含 HBCD 产品使用的限制与淘汰，大量含 HBCD 废物亟待安全处置。

当前，生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物技术由于缺乏统一规范，在处置过程中可能存在焚烧温度不足、停留时间过短等问题，导致 HBCD 分解不彻底，产生二噁英等二次污染物。同时，各企业处置工艺和污染物排放管控水平参差不齐，不仅难以保证含 HBCD 废物的有效处置，还存在较大的环境风险。而目前现行规范性文件并未对生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物设立处理标准，因此，有必要通过设立标准的方式提出生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物处理技术要求和污染物控制规范，填补国内技术标准空白，规范生活垃圾焚烧企业对含 HBCD 废物处理，提升新污染物治理能力。

近年来我国生活垃圾焚烧技术不断发展，科研机构与企业在焚烧工艺优化、

污染物减排等方面积累了丰富的丰富经验。同时，在持久性有机污染物处置领域，我国已建立较为完善的污染物监测体系与治理技术体系，为标准的制定提供了技术支撑。此外，编制组汇聚了行业内专家、科研人员和企业代表，具备扎实的专业知识和实践经验，能够充分结合实际情况，制定出科学、合理且可操作的标准内容。

二、工作主要过程

2.1 前期准备

为推动 HBCD 淘汰工作，生态环境部对外合作与交流中心与联合国工业发展组织（UNIDO）共同开发“提高泡沫行业环境绩效：中国 HBCD 淘汰与管理项目”，旨在特定豁免到期前实现 HBCD 特定豁免用途的淘汰。

工作组完成了生态环境部对外合作与交流中心全球环境基金（GEF）“提高泡沫行业环境绩效：中国 HBCD 淘汰与管理”项目的一部分，主要研究采用生活垃圾焚烧协同处置技术处理处置六溴环十二烷废物的环境无害化管理。

工作组前期通过文献调研、资料分析、专家咨询等方式，对国内外 HBCD 生产情况以及生产利用过程产废情况进行了研究分析，总结了国内外含 HBCD 废物的管理法律法规，归纳了含 HBCD 废物的检测方法，分析了建筑材料中 HBCD 的应用现状。在此基础上，结合国内外含 HBCD 废物处理处置技术调研和可行性分析成果，证实了采用生活垃圾焚烧协同处置技术处理处置六溴环十二烷废物具有技术可行性。现场试验顺利采用生活垃圾协同焚烧处置技术处置了 15 吨以上含 HBCD 废物，兼顾 HBCD 高销毁率和污染物低排放。除了 HBCD 之外，还对 PCDD/Fs、PBDD/Fs、PBDEs 三个广受关注的持久性有机污染物的排放水平进行了全面检测与分析，检测了多个同类物，分析它们的沿程变化。

前期研究证实了生活垃圾焚烧协同处置含 HBCD 废物能够实现 99.999% 以上的销毁率和 99.9999% 的焚毁去除率，满足履约要求和含 HBCD 废物处置技术规范通则《T/ZGZS 0310-2023》的要求，同时其他污染物均达到排放要求。生活垃圾焚烧协同处置含 HBCD 废物技术具有可推广应用性，将为我国后续处置含 HBCD 废物提供依据。本规范为总结积累处置经验、控制环境风险、加强示范效应，推进我国含 HBCD 废物的环境风险管控和履约进程的顺利实施。

2.2 标准编制指导思想

本文件按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。遵从以下规则：贯彻执行国家的政策、法规，与现行其他国家标准协调一致的原则；技术指标制定先进可行、规范合理的原则；标准制定促进生活垃圾焚烧协同处理废物行业健康发展的原则。标准制定过程中参考了国内外最新的标准和方法，试验方法主要采用现行的国家标准和行业标准，以保证标准中技术指标的准确性、科学性与可比性，各项指标值在满足环境保护要求的前提下根据实验验证结果确定。

2.3 标准起草编制过程

2024年12月成立标准起草工作组，汇集浙江大学、芜湖绿洲环保能源有限公司，杭州科晟能源技术有限公司等单位的相关专家，开始收集、分析、总结国内外有关标准资料和文献，提出相应的编写要求。工作组前期收集分析国内外相关资料，并对生活垃圾焚烧炉协同处置含HBCD废物现状进行调研。

2025年1月提出标准草案提纲，并于2025年2月完成了标准草案的编写工作。

2025年3月各起草单位对标准草案在各单位内部征求了意见并组织相关人员讨论，对标准草案提出了修改意见。经标准起草工作组整理后形成了标准讨论稿报中国循环经济协会。

2025年3月28日，由中国循环经济协会在线上组织召开团体标准立项评审会并通过立项。

2025年7月，由中国循环经济协会在北京组织召开团体标准的中期专家评审会，形成本标准征求意见稿。

三、确定标准主要技术内容的框架

3.1 范围

本文件规定了生活垃圾焚烧炉协同处置含六溴环十二烷（Hexabromocyclododecane，缩写为HBCD）废物过程中的设备要求、来源分析与入场检测、含HBCD废物的储存与预处理、处置要求、污染控制要求和监测要求等内容；并提供了相应的证实方法。

本文件适用于生活垃圾焚烧炉协同处置浓度小于30000 mg/kg的含HBCD废物的工艺过程的控制。

3.2 规范性引用文件及引用说明

（1）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。

国家标准

GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准

GB/T 18750 生活垃圾焚烧炉及余热锅炉

GB/T 34552 生活垃圾流化床焚烧锅炉

GB/T 51452 生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准

GB/T 41077 建筑用绝热制品 六溴环十二烷的限值

GB/T 32883 电子电气产品中六溴环十二烷的测定 高效液相色谱-质谱法

GB/T 38415 玩具中四溴双酚 A 和六溴环十二烷含量的测定 高效液相色谱-串联质谱法

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ 1040 固定污染源废气 溴化氢的测定 离子色谱法

HJ 77.2 环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HY/T 260 海洋沉积物中六溴环十二烷的测定 高效液相色谱-串联质谱法

HY/T 261 海水中六溴环十二烷的测定 高效液相色谱-串联质谱法

SN/T 3018 塑料及其制品中六溴环十二烷的测定 液相色谱-质谱/质谱法

SN/T 3998 涂料中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱法

T/ZGZS 0310-2023 含六溴十二烷（HBCD）废物处置技术规范 通则

（2）引用说明

标准在后文的具体引用情况会在后文中具体展开。

3.3 术语和定义及条文说明

3.3.1 含 HBCD 废物 HBCD-containing waste

HBCD纯化学物质、添加HBCD的原料、过程产物及产品，包括工业生产原料、产品及生产过程中产生的边角料、“三废”治理产生的飞灰、污泥、残渣及周边污染土壤，相关产品拆除、拆解过程中产生的废弃产品及收集处理后的产物等。

3.3.2 焚毁去除率 destruction removal efficiency(DRE)

指被焚烧废物中含有的HBCD的质量与焚烧残余物及排放烟气中的HBCD质量之差，占被焚烧废物中含有的HBCD质量的百分比。DRE的表达式如下（注：原文为式3，此处为式1）：

$$DRE=(W_i-W_o)/W_i \times 100\% \quad (1)$$

式中： W_i ——为单位时间内被焚烧物中 HBCD 的质量，kg/h；

W_o ——为单位时间内烟道排放气中 HBCD 的质量，kg/h。

关于 3.3 的条文说明：

(1) 含 HBCD 废物定义，最早来源于标准《T/ZGZS 0310—2023 含六溴环十二烷（HBCD）废物处置技术规范通则》。

原文：

指 HBCD 纯化学物质、添加 HBCD 的原料、产品及过程产物，包括工业生产原料、产品及生产过程中产生的边角料、三废治理产生的飞灰、污泥、残渣及周边污染土壤，相关产品拆除、处理过程产物等。

根据实际情况以及标准语言精练的要求，对最初含 HBCD 废物定义进行了修改。

(2) 焚毁去除率的定义，最早来源于标准《危险废物焚烧污染控制标准》(GB18485)。

原文：

被焚烧的特征有机化合物与残留在排放烟气中的该化合物质量之差与被焚烧的该化合物质量的百分比。根据公式(1)计算（注：具体公式见本文中公式 1）。

3.4 工艺技术要求及条文说明

3.4.1 设备要求

3.4.1.1 生活垃圾焚烧处置工艺系统应包括进料系统、焚烧系统、余热利用系统、烟气净化系统、灰渣处理系统、污水处理系统、臭气处理系统以及配套设施等。

3.4.1.2 用于协同处理含 HBCD 废物的生活垃圾焚烧炉及其性能要求应满足 GB/T 18750 或 GB/T 34552 中的规定，其选址要求应满足 GB 18485 中的规定。

3.4.1.3 用于协同处理含 HBCD 废物的生活垃圾焚烧炉需具备自动连续进料装置，具备中控室自动控制系统、能准确计量进料速率并均匀进料。

关于 3.4.1 的条文说明：

(1) 用于协同处理含 HBCD 废物的生活垃圾焚烧炉及其性能要求的规定参考了 GB/T 18750《生活垃圾焚烧炉及余热锅炉》中的 6.3 和 7 条款的相关要求，或

GB/T 34552《生活垃圾流化床焚烧锅炉》中的6.1条款的相关要求。GB/T 18750《生活垃圾焚烧炉及余热锅炉》中的4条款的相关要求

6.3 焚烧炉

6.3.1 焚烧炉系统应包括进料装置、给料装置、炉排、钢结构支撑、炉壳、灰斗及渗滤液斗、除渣机、液压站与液压系统、炉排漏灰输送机、主燃烧器和辅助燃烧器。技术要求应符合附录A的规定。

6.3.2 焚烧炉应设置满足稳定燃烧的一次风和二次风系统,一、二次风机流量及风压设计应符合CJJ90的规定。

6.3.3 主燃烧器及辅助燃烧器总热负荷应大于额定热负荷的70%,燃烧器燃料应采用气体燃料或轻柴油。

6.3.4 焚烧炉宜采用烟气再循环等低氮燃烧技术。

7. 性能要求

7.1 符合6.1要求的人炉垃圾,低位热值应大于4500kJ/kg。

7.2 焚烧炉及余热锅炉产品外观质量应符合机械产品要求。

7.3 焚烧炉给料器、炉排应在出厂前进行总装冷态试车,冷态试车期间应运行平稳顺畅、转动灵活、无异响;运动轨迹符合设计要求,无跑偏、隆起、卡涩的现象。

7.4 焚烧炉炉渣热灼减率应符合 GB 18485的规定。

7.5 余热锅炉出口排放烟气中一氧化碳浓度应符合 GB 18485的规定。

7.6 中压及以上压力等级余热锅炉给水溶解氧、硬度、电导率指标应符合 GB/T 12145的规定,低压余热锅炉给水溶解氧、硬度、电导率指标应符合 GB/T 1576的规定:

7.7 余热锅炉应按规定进行检验、试验和验收,包括但不限于材料检验、焊接接头外观检查、通球检查、光谱检验、无损检测、产品焊接接头力学性能试验、水压试验。

7.8 单台焚烧炉额定焚烧垃圾量大于或等于 300t/d 时,焚烧炉及余热锅炉设计热效率不应低于78%;单台焚烧炉额定焚烧垃圾量小于 300t/d 时,焚烧炉及余热锅炉设计热效率不应低于75%。

GB/T 34552《生活垃圾流化床焚烧锅炉》中的6.1条款原文如下:

6.1 焚烧锅炉性能要求

6.1.1 应保证焚烧锅炉在设计参数下的额定垃圾处理量。

6.1.2 焚烧锅炉应能适应垃圾特性变化,垃圾处理负荷变化范围为70%~115%。

6.1.3 焚烧锅炉设计热效率不应小于 78%(入炉混合燃料低位发热量大于或等于6000 kJ/kg)。

6.1.4 过热器入口处的饱和蒸汽湿度不应大于1%。

6.1.5 过热蒸汽品质应符合GB/T12145的规定

6.1.6 在额定工况下,过热蒸汽温度的允许偏差为 $_{(-15)}^{(+10)}\text{℃}$ 。

6.1.7 焚烧锅炉炉渣热灼减率不应大于3%。

6.1.8 在正常运行条件下,焚烧锅炉年可运行时间不应小于 8000h。

6.1.9 在正常运行时,二次风喷口以上悬浮段确保烟气温度大于或等于850℃。

6.1.10 焚烧锅炉炉膛出口压力宜为-100Pa~-300Pa(表压)。

6.1.11 炉膛出口烟气含氧量应控制在 6%~10%(体积百分数)。

6.1.12 炉墙及烟风道应有良好的密封和保温性能。当周围环境温度为 25℃时,距门(孔)300mm以外的炉体外表面温度不得超过50℃,炉顶表面温度不得超过70℃。各种热力设备、热力管道以及阀门表面温度不应大于50℃。

(2) 用于协同处理含HBCD废物的生活垃圾焚烧炉选址要求的规定参考了GB 18485《生活垃圾焚烧污染控制标准》中的4条款的相关要求。GB 18485《生活垃圾焚烧污染控制标准》中的4条款原文如下:

4 选址要求

4.1 生活垃圾焚烧厂的选址应符合当地的城乡总体规划、环境保护规划和环境卫生专项规划,并符合当地的大气污染防治、水资源保护、自然生态保护等要求。

4.2 应依据环境影响评价结论确定生活垃圾焚烧厂厂址的位置及其与周围人群的距离。经具有审批权的

环境保护行政主管部门批准后,这一距离可作为规划控制的依据。

4.3 在对生活垃圾焚烧厂厂址进行环境影响评价时,应重点考虑生活垃圾焚烧厂内各设施可能产生的有害物质泄漏、大气污染物(含恶臭物质)的产生与扩散以及可能的事故风险等因素,根据其所在地区的环境功能区类别,综合评价其对

周围环境、居住人群的身体健康、日常生活和生产活动的影响，确定生活垃圾焚烧厂与常住居民居住场所、农用地、地表水体以及其他敏感对象之间合理的位置关系。

3.4.2 来源分析与入场检测

3.4.2.1 含 HBCD 废物来源分析

生活垃圾焚烧企业在接收含HBCD废物之前，应了解产生含HBCD废物的工艺过程，对含HBCD废物进行来源分析，初步确定含HBCD废物是否满足生活垃圾焚烧炉协同处置入炉要求。

3.4.2.2 含HBCD废物采样与检测

拟处理的含HBCD废物应按照HJ/T 20进行采样，记录并报告详细的采样信息。含HBCD废物中HBCD含量的测定按表3.1执行。

表3.1 含HBCD废物中HBCD含量测定方法

检测项目	废物种类	检测方法
HBCD含量	建筑保温材料	GB/T 41077
	塑料及制品	SN/T 3018
	电子电气产品	GB/T 32883
	工业污水、工艺废水	HY/T 261
	污泥	HY/T 260
	玩具	GB/T 38415
	涂料、胶粘剂	SN/T 3998

关于3.4.2的条文说明：

含HBCD废物中HBCD含量的测定方法参考了GB/T 41077《建筑用绝热制品六溴环十二烷的限值》中5.1、5.2、5.3、5.4.1、5.4.2、5.4.3和5.4.4条款的相关内容、SN/T 3018《塑料及其制品中六溴环十二烷的测定液相色谱-质谱/质谱法》中3-7条款的相关内容、GB/T 32883《电子电气产品中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-质谱法》中4-8条款的相关内容、HY/T 261《海水中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-串联质谱法》中3-7条款的相关内容、HY/T 260《海洋沉积物中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-串联质谱法》中3-7条款的相关内容、GB/T 38415《玩具中四溴双酚A和六溴环十二烷含量的测定 高效液相色谱-串联质谱法》中3-6条款的相关内容、SN/T 3998《涂料中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱法》中3-7条款的相关内容。

(1) GB/T 41077《建筑用绝热制品 六溴环十二烷的限值》中5.1、5.2、5.3、5.4.1、5.4.2、5.4.3和5.4.4条款的相关内容。条款原文如下：

5.1 试剂与材料

5.1.1 除另有说明外，本文件所用试剂均为色谱纯，所用水应符合GB/T6682中的一级水规定。

5.1.2 二氯甲烷。

5.1.3 丙酮。

5.1.4 正己烷。

5.1.5 甲醇。

5.1.6 甲苯。

5.1.7 乙腈。

5.1.8 丙酮-正己烷溶液(1+1):将丙酮(5.1.3)和正己烷(5.1.4)按等体积比混合均匀。

5.1.9 甲醇-乙腈溶液(9+1):取900 mL 甲醇(5.1.5)和100 mL 乙腈(5.1.7)按体积比9:1混匀。

5.1.10 二氯甲烷-丙酮溶液(1+1):将二氯甲烷(5.1.2)和丙酮(5.1.3)按等体积比混合均匀。

5.1.11 六溴环十二烷(CAS号:3194-55-6):纯度 $\geq 98\%$ 。

5.1.12 六溴环十二烷标准储备溶液:称取 $100.0\text{mg} \pm 0.1\text{ mg}$ 六溴环十二烷(5.1.11)于50 mL 烧杯中，加适量丙酮(5.1.3)溶解，移入250 mL 容量瓶中，用丙酮(5.1.3)定容，混匀，此溶液中六溴环十二烷质量浓度为400 mg，贮存温度 $0^{\circ}\text{C} \sim 4^{\circ}\text{C}$ 。现配现用。

5.1.13 α 、 β 、Y-六溴环十二烷标准单标储备溶液:100mg/L 市售，贮存温度 $0^{\circ}\text{C} \sim 4^{\circ}\text{C}$

5.1.14 液相色谱-质谱用标准工作溶液:用甲醇(5.1.5)逐级稀释 α 、 β 、Y-六溴环十二烷标准单标储备溶液(5.1.13),配制成 α 、 β 、Y-六溴环十二烷质量浓度分别为0.1mg/L、0.5mg/L、1mg/L、2mg/L、5mg/L、10mg、25 mg、50mg的系列标准工作溶液，贮存温度 $0^{\circ}\text{C} \sim 4^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.15 气相色谱-质谱用标准工作溶液:使用六溴环十二烷标准储备溶液(5.1.12),用丙酮(5.1.3)逐级稀释,配制成质量浓度分别为5mg/L、10mg/L、20mg/L、30mg/L、50mg/L、100mg/L的系列标准工作溶液,贮存温度0℃~4℃。

5.1.16 容量瓶:100mL、250mL。

5.1.17 针头过滤器:0.22um, 有机相。

5.1.18 注射器:5 mL。

5.1.19 刻度离心管:10m, 带螺口盖, 含聚氟乙烯垫片。

5.1.20 样品管:30m, 带螺口盖, 含聚氟乙烯垫片。

5.1.21 纤维素套筒:用甲苯(5.1.6)或丙酮(5.1.3)预萃取3次以上, 烘干待用。

5.1.22 滤纸:用甲苯(5.1.6)或丙酮(5.1.3)预萃取3次以上, 烘干待用。

5.1.23 沸石:用甲苯(5.1.6)或丙酮(5.1.3)预萃取3次以上, 烘干待用。

5.1.24 固相萃取柱:C18(500mg/6mL),也可使用硅胶(500mg/3 mL),活化后使用。

5.1.25 氮气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.1.26 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.1.27 液氮:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.2 仪器与设备

5.2.1 高效液相色谱-质谱仪(HPLC-MS):应配备电喷雾离子源(ESI 源)。

5.2.2 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):应配备电子轰击电离源(EI)。

5.2.3 天平:感量0.1 mg。

5.2.4 索氏提取装置:250mL。

5.2.5 氮吹仪。

5.2.6 超声波清洗机:超声频率不低于40kHz, 超声功率不低于400W

5.2.7 离心机:转速不小于12000 r/min。

5.2.8 微波消解仪:应配备聚四氟乙烯消解内罐。

5.2.9 旋转蒸发仪:100m。

5.2.10 破碎机:出料破碎粒径 $\leq 1\text{mm}$ 。

5.2.11 微孔滤膜:0.22 μm ,有机相。

5.3 样品制备

应从样品的不同位置处分别取样，每份不少于20g,裁剪成约10mm的方块，混匀。5.3.15.3.2 质脆的样品用破碎机(5.2.10)破碎至粒径 $\leq 1\text{ mm}$,混匀后置于干燥器内室温下保存，备用。5.3.3 质软样品，应经液氮(5.1.27)冷冻后，用破碎机(5.2.10)破碎至粒径 $\leq 1\text{ mm}$,混匀后置于干燥器内室温下保存，备用。

5.3 样品制备

5.3.1 应从样品的不同位置处分别取样，每份不少于20g,裁剪成约10mm 的方块，混匀。5.3.2 质脆的样品用破碎机(5.2.10)破碎至粒径 $\leq 1\text{ mm}$,混匀后置于干燥器内室温下保存，备用。5.3.3 质软样品，应经液氮(5.1.27)冷冻后，用破碎机(5.2.10)破碎至粒径 $< 1\text{ mm}$,混匀后置于干燥器内室温下保存，备用。

5.4 试液制备

5.4.1 超声波法

5.4.1.1 称取按5.3制备的样品0.1 g~0.5 g,精确至0.1 mg,置于刻度离心管(5.1.19)中。

5.4.1.2 加入5 mL 丙酮(5.1.3)或二氯甲烷(5.1.2),在超声波清洗机(5.2.6)中超声萃取15 min~20 min。在离心机(5.2.7)中，12000r/min 离心5min,上清液转移至样品管(5.1.20)中经微孔滤膜(5.2.11)过滤后作为气相色谱-质谱法测试溶液

5.4.1.3 加入5 mL 丙酮(5.1.3)或二氯甲烷(5.1.2),在超声波清洗机(5.2.6)中超声萃取15 min~20min。加入30 mL 乙腈(5.1.7),12000r/min 离心5 min,取上清液经旋转蒸发仪(5.2.9)浓缩后经微孔滤膜(5.2.11)过滤作为高效液相色谱-质谱法测试溶液。

5.4.2 索氏提取法

5.4.2.1 称取按5.3制备的样品1g~5g，精确至0.1 mg,放入纤维素套筒(5.1.21)或用滤纸(5.1.22)包裹，置于索氏提取装置(5.2.4)中，加入60 mL 甲苯(5.1.6),然后加入1粒~2粒沸石(5.1.23),安装好索氏提取装置(5.2.4),加热萃取至少2h,每个萃取循环大约20min~30 min。待溶液冷却后，定容到100mL容量瓶中。

5.4.2.2 固相萃取柱(5.1.24)用5mL 丙酮(5.1.3)活化后，取10mL 萃取液上样，淋洗，洗脱，将洗脱液在氮吹仪(5.2.5)上吹干。

5.4.2.3 用甲醇(5.1.5)定容到1mL 作为高效液相色谱-质谱法测试溶液，用丙酮(5.1.3)定容到1 mL作为气相色谱-质谱法测试溶液。经注射器(5.1.18)和针头过滤器(5.1.17)过滤或12000r/min 离心5min,取过滤液或上清液，待测。

5.4.3 微波萃取法

5.4.3.1 称取按5.3制备的样品1 g~5g,精确到0.1 mg,用滤纸包裹后置于聚四氟乙烯消解内罐中。加入20 mL~30 mL二氯甲烷-丙酮溶液(5.1.10),70 °C下用微波消解仪(5.2.8)辅助萃取2 h。

5.4.3.2 冷却至室温后,转移至100 mL 容量瓶中,用30 mL 二氯甲烷-丙酮溶液(5.1.10)分5次~6 次冲洗聚四氟乙烯消解内罐,定容。

5.4.3.3 以下制备步骤按5.4.2.2、5.4.2.3进行。

5.4.4 绝热制品前处理方法

超声波法适用于可被有机溶剂大部分或全部溶解的样品,如聚苯乙烯;索氏提取法、微波萃取法适用于有机溶剂不能大部分溶解的样品。首先应对样品开展预测试,确定含量范围,再参考表1制备测试液(注:原文为表1,此处为表3.2)。

表3.2 不同样品类型的前处理方法

样品	HBCD含量范围mg/kg	称样量 g	试液制备方法
模塑聚苯乙烯泡沫塑料 挤塑聚苯乙烯泡沫塑料	<1000	0.5	5.4.1
	1000~2500	0.2	
	>2500	0.1	
有机溶剂不能大部分溶解的其他绝热材料	<200	5	5.4.2、5.4.3
	200~500	2	
	>500	1	

5.4.5 平行样

测试时应进行平行试验,平行样不少于2份。

5.4.6 空白试液

除不加样品外其他步骤与样品试液制备方法一致。空白试液中HBCD应不大于10mg/L,超过该结果后应检查试验过程、试剂与材料,并重新开展测试。

5.5 高效液相色谱-质谱法(HPLC-MS 法)(仲裁法)

5.5.1 高效液相色谱-质谱分析条件

可根据仪器不同,选择最佳分析条件,高效液相色谱-质谱分析条件如下,谱图见附录 A:

a) 色谱柱:C18,100A,2.1mm×100mm,1.7 μ m,或相当者;

b) 流动相A:水(含5mmol NH₄ Ac),

流动相B:甲醇-乙腈溶液(9+1)(5.1.9),梯度洗脱;

c) 流速:0.5 mL/min;

d) 柱温:40℃;

e) 进样量:1 μ L;

f) 电喷雾负离子模式(ESI-);

g) 定量离子:(m/z)640.5;

h) 毛细管电压:2.5 kV

5.5.2 标准工作曲线的绘制

按照5.5.1的高效液相色谱-质谱分析条件,先测定液相色谱-质谱用标准工作溶液,绘制工作曲线。

以定量离子峰面积和浓度绘制标准工作曲线,标准工作曲线的线性相关系数应不小于0.990。

5.5.3 试液测定

5.5.3.1 按照建立标准工作曲线的高效液相色谱-质谱分析条件,测定按5.4制备的高效液相色谱-质谱法测试试液,外标法定量。试液中目标化合物响应值应在标准曲线的线性范围内,超出标准工作曲线最大浓度点,用甲醇-乙腈溶液(9+1)(5.1.9)稀释后再进行测定。同时测定平行样和空白试液。

5.5.3.2 根据峰面积,从标准曲线上计算出相应六环十二含量。

(2) SN/T 3018《塑料及其制品中六溴环十二烷的测定液相色谱-质谱/质谱法》中3-7条款原文如下:

3 方法提要

将试样低温研细粒度至 0.5mm(35目)以下,用异丙醇-正己烷溶液提取试样中三种六溴环十二烷异构体(a-HBCD、B-HBCD和Y-HBCD),然后用液相色谱-质谱/质谱仪采用外标法或内标法(即用同位素稀释技术,在试样提取后加入三种氘代六溴环十二烷d:a-HBCD,d-B-HBCD和d-Y-HBCD的内标溶液)测定三种六溴环十二烷异构体的含量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为GB/T6682规定的一级水。

4.1 异丙醇:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 异丙醇-正己烷溶液(1+1):取200ml异丙醇(4.1),加入200mL正己烷(4.2),混合均匀。

4.6 α -HBCD、 β -HBCD和 γ -HBCD单标准品溶液:浓度均为100 μ g/ml。

4.7 d18- α -HBCD,d18- β -HBCD和d18- γ -HBCD氘代单标准品溶液:浓度均为50 μ g/mL。

4.8 α -HBCD、 β -HBCD和 γ -HBCD单标准储备溶液:吸取单标准品溶液(4.6),用甲醇(4.3)稀释,分别配制成浓度为1 μ g/ml的标准储备溶液。

4.9 内标混合使用溶液:吸取 d18- α -HBCD,d18- β -HBCD和d18- γ -HBCD氘代单标准品溶液(4.7),用甲醇(4.3)稀释,配制成 d18- α -HBCD,d18- β -HBCD和d18- γ -HBCD浓度分别为200ng/ml、100ng/ml,和100ng/mL的内标混合使用溶液。

4.10系列混合标准工作溶液:根据需要,吸取单标准储备溶液(4.8),用甲醇(4.3)逐级稀释,配制成 α -HBCD浓度依次为0.5ng/ml、1ng/mL、5 ng/ml、10 ng/mL、50 ng/ml,和 100 ng/mL, β -HBCD 和 γ -HBCD浓度各依次为0.25ng/mL、0.5ng/mL、2.5 ng/ml、5ng/mL、25 ng/mL和50 ng/mL 的系列混合标准工作溶液。

4.11 含有代同位素内标的系列混合标准工作溶液:根据需要,吸取单标准储备溶液(4.8)以及内标混合使用溶液(4.9),用甲醇(4.3)逐级稀释,配制成 α -HBCD浓度依次为 0.5 ng/ml、1ng/mL、5 ng/ml10ng/mL、50ng/mL和100 ng/mL, β -HBCD 和 γ -HBCD 浓度各依次为0.25 ng/ml、0.5 ng/ml2.5 ng/ml、5 ng/ml、25 ng/ml,和 50ng/ml,以及含有氘代同位素内标 d18- α -HBCD,d18- β -HBCD和d18- γ -HBCD浓度分别为10ng/mL、5ng/ml,和5ng/ml,的系列混合标准工作溶液。

4.12 滤膜:0.22 μ m,有机相型。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源(ESD)

5.2 索氏提取装置。

5.3 旋转蒸发器

5.4 冷冻研磨机。

5.5 分析天平:感量 0.1 mg。

6 试样制备

用冷冻研磨机(5.4)将试样研磨至粒度在 $\phi 0.5\text{mm}$ (35目)以下,混合均匀,将试样装入洁净容器内,密封并标识。室温保存。

7 测试步骤

7.1 试样提取

7.1.1 外标法定量的提取

称取 0.5g试样(准确至 0.1mg)置于滤纸桶中,加约250ml,异丙醇-正己烷溶液(4.5),索氏提取约16h,将提取液旋转蒸发浓缩至近干,加约5ml,甲醇(4.3)溶解残渣,转移到10ml,容量瓶中,用甲醇(4.3)定容至10ml,过微孔滤膜(4.12),滤液供LC-MS/MS测定,外标法定量。

7.1.2 内标法定量的提取

按 7.1.1 自“称取 0.5g试样(准确至0.1mg)置于滤纸桶中,……转移到10mL,容量瓶中”所述操作后,再加入 0.5ml,内标混合使用溶液(4.9),用甲醇(4.3)定容至10 ml,过微孔滤膜(4.12),滤液供LC-MS/MS测定,内标法定量。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:C18柱,150mm $\times$ 2.1mm(内径),粒径3.5 μm ,或相当者;
- b)流动相见表1(注:原文为表1,此处为表3.3):
- c)流速:250 $\mu\text{L}/\text{min}$;
- d)进样量:10 μL ;
- e)柱温:室温.

表3.3 梯度洗脱程序

时间/min	75%甲醇水溶液/%	乙腈/%
0	80	20
1.00	80	20
1.10	45	55
11.00	45	55
11.10	80	20
18.00	80	20

7.2.2 质谱条件

- a)离子源:电喷雾离子源(ESI);

b)扫描方式:负离子扫描;

c)检测方式:多反应监测(MRM)

其他质谱条件参见附录A。

7.2.3 定量测定

采用外标法定量:以 α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD在各自系列混合标准工作溶液(4.10)中的浓度与其对应的峰面积绘制标准曲线,外标法定量。在上述液相色谱-质谱/质谱条件下, d_{18} - α -HBCD, d_{18} - β -HBCD和 d_{18} - γ -HBCD的参考保留时间分别为7.14min、7.68min和8.65min,标准溶液的选择离子谱图参见附录B中图B.1。

采用内标法定量:以 α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD在各自含有氘代同位素内标的系列混合标准工作溶液(4.11)中的浓度和其对应的峰面积与内标的峰面积之比(即 α -HBCD与 d_{18} - α -HBCD、 β -HBCD与 d_{18} - β -HBCD 和 γ -HBCD与 d_{18} - γ -HBCD的峰面积比)绘制标准曲线,内标法定量。在上述液相色谱-质谱/质谱条件下, α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD的参考保留时间分别为7.11min、7.63 min 和8.54 min, d_{18} - α -HBCD, d_{18} - β -HBCD和 d_{18} - γ -HBCD的参考保留时间分别为7.00 min、7.49 min 和8.38min,标准溶液的选择离子谱图参见附录B中图B.2。

(3) GB/T 32883《电子电气产品中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-质谱法》中4-8条款的相关内容。条款原文如下:

4 原理

试样用甲苯进行索氏抽提或超声波辅助萃取,或用丙酮-正己烷进行快速溶剂萃取,再经甲醇-水重溶后,采用高效液相色谱质谱仪进行检测,外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有说明,所有试剂均为色谱纯

5.1 水, GB/T6682-2008,一级。

5.2 丙酮。

5.3 正己烷。

5.4 甲醇。

5.5 甲苯。

5.6 二氯甲烷。

5.7 丙酮-正己烷溶液(1:1,体积比):取100 ml丙酮(5.2)和100 mL正己烷(5.3),混匀。

5.8 甲醇-水溶液(9:1,体积比):取 900 m 甲醇(5.4)和100 m水(5.1),混匀。

5.9 标准物质:六溴环十二烷(CAS号:3194-55-6, α 、 β 、 γ 三种同分异构体单标),纯度大于或等于98%。

5.10 标准储备液:六溴环十二烷同分异构体的混合标准溶液。称取0.1g(精确到0.0001g或以上)六溴环十二烷标准品(5.9)于 50 ml,烧杯中,加适量甲醇(5.4)溶解,溶液定量移入250ml,容量瓶中,用甲醇(5.4)稀释至刻度,混匀,此时溶液中六溴环十二烷浓度为400mg/l。储备液贮存在-20℃冰箱中。

5.11 标准工作液。用甲醇-水溶液(5.8)逐级稀释标准储备液,配制5个不同浓度(50ng/ml、100 ng/ml,500ng/mL、1000ng/mL、5000 ng/mL)的标准工作液,用于标准曲线的绘制。

5.12 容量瓶:根据需要选择合适的容量,如10mL、100mL等。

5.13 针头过滤器:0.22 μ m,两相膜。

5.14 注射器:5mL。

5.15 刻度离心管:10mL,具螺口盖,含聚氟乙烯垫片。

5.16 样品管:30mL,具螺口盖,含聚氟乙烯垫片。

5.17 纤维素套筒。

5.18 滤纸:用甲苯预萃取3次以上,烘干待用

5.19 沸石:用甲苯预萃取3次以上,烘干待用。

5.20 固相萃取柱:C18,500mg/6m;或性能相当者

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪质谱仪,具备电喷雾离子源(ESI源)。

6.2 粉碎装置:包括切割机或剪刀、研机、冷冻粉碎设施等装置,主要用于样品的粉碎

6.3 18目标准筛(筛孔直径1mm)。

6.4 电子分析天平:感量0.1 mg或以上。

6.5 带冷凝器的索氏提取装置。

6.6 用来加热索氏提取装置中用的烧瓶的加热装置,

6.7 氮气吹干仪。

6.8 旋涡混匀器

6.9 超声波仪:超声频率40kHz,超声功能400W;或性能相当者

6.10 离心机:5000r/min和12000r/min。

6.11 快速溶剂萃取仪。

6.12 加热炉,加热到400℃以上。

7 样品

7.1 将电子电气产品拆解成为各种材料样品,用剪刀或切割机(或其他方式)(6.2)将样品制成小于10 mm×10 mm×10 mm 小块

7.2 将样品小块用液氮冷冻后,用粉碎机(或采用其他等同效果的粉碎方法)(6.2)将样品粉碎成粒径小于1mm的颗粒[过18目标准筛(6.3),混合均匀,待分析。

8 试验步骤

8.1 样品前处理

样品前处理可选择索氏提取、超声波辅助萃取和快速溶剂萃取之一对样品中HBCDDs进行萃取。

当样品中含有较高含量的HBCDDs时,应取少量取液浓缩至干后,可先用更大量的甲醇进行重溶,再加入水配成甲醇-水溶液(5.8)体系,以保证萃取液中的HBCDDs更好地溶于甲醇-水溶液中。

当样品萃取后,基质比较复杂、取液中干扰较强时,可使用快速溶剂萃取,并参考以下步骤进行净化:将固相萃取柱(5.20)依次用2mL,二氯甲烷(5.6)和2mL 甲醇(5.4)活化后,将萃取液过柱,先用12 mL正己烷(5.3)淋洗,再用5 mL 甲醇(5.4)洗脱,收集洗脱液,氮气吹干后,用甲醇-水溶液(5.8)定容,旋涡振荡1min,经针头过滤器(5.13)过滤,或12 000 r/min离心5min,取过滤液或上清液,待测。

三种萃取方法具体步骤如下:

a) 索氏提取:称取上述混匀的样品0.1g,精确到0.001g,放入纤维素套筒(5.17)中,或用滤纸a)(5.18)包裹,置于索氏提取装置(6.5)中,加入60mL 甲苯(5.5),然后加入1粒~2粒沸石(5.19),安装好索氏提取装置,加热萃取至少2h,每个萃取循环大约2min~3min。待溶液冷却后,定容到100mL容量瓶中。检测前,取适量(1mL)萃取液在氮气吹干仪用轻柔氮气吹干,用甲醇-水溶液(5.8)定容到1mL,旋涡振荡1min,经针头过滤器过滤,或12000r/min 离心5min,取过滤液或上清液,待测。如果试样中待测物的浓度超过标准曲线的范围,适当稀释后再测定。

b) 超声波辅助萃取:称取上述混匀的样品0.1g,精确到0.001g,用滤纸(5.18)包裹,置于离心管b)(5.15)中,加入4 mL甲苯(5.5),在超声波仪(6.9)中超声萃取15 min,5000 r/min离心(6.10)5min,上清液转移至样品管(5.16)中;重复以上步骤2次,合并3次萃取液于同一支样品管(5.16)中,定容到 100 mL容量瓶中。检测前,取适量(如1mL)萃取液在氮气吹干仪用轻柔氮气吹干,用甲醇-水溶液(5.8)定容到1mL,旋涡振荡1 min,经针头过滤器过滤,或12000r/min离心5min,取过滤液或上清液,待测。如果试样中待测物的浓度超过标准曲线的范围,适当稀释后在测定。

c) 快速溶剂萃取:称取粉碎好的试样0.1g,精确到0.001g,用滤纸(5.18)包裹,置于萃取池中进行快速溶剂萃取(6.11)。取剂为丙酮-正己烷溶液(5.7),样品池温度为120℃,压力为10.3 MPa,加热时间5min,静态萃取时间10 min,氮气吹扫时间100s,循环次数为3次,冲洗样品池的体积为 20%。萃取结束后,定容到100mL容量瓶中。检测前,取适量(如1mL)萃取液在氮气吹干仪用轻柔氮气吹干,用甲醇-水溶液(5.8)定容到1mL,旋涡振荡1min,经针头过滤器过滤,或12000r/min离心5min,取过滤液或上清液,待测。如果试样中待测物的浓度超过标准曲线的范围,适当稀释后再测定。

样品分析时,同时进行空白试验和平行试验。

8.2 高效液相色谱-质谱法测定

使用的仪器不同,最佳分析条件可能不同,因此不可能给出适合所有高效液相色谱质谱的通用参数。设定的参数应保证被测组分得到有效分离和测定。下面列出的参数经证明是可行的,谱图可参见附录A。

a) 色谱柱:(18,100A,2.1mm×100mm,3 μm;或性能相当者;

b) 流动相:甲醇-水溶液(88:12,体积比),等梯度洗脱;

c) 流速:0.25 mL/min;

d) 柱温:30℃;

e) 进样量:5 μL;

f) 电喷雾负离子全扫描模式(ESI-);

g) 监测离子:m/z640.5;

h) 毛细管电压:3.5kV按建立标准曲线时注入的体积将样品萃取液注入高效液相色谱质谱仪中,根据质谱离子峰和色谱保留时间对各六溴环十二烷同分异构

体进行定性分析;然后根据峰面积,从标准曲线上计算出相对应的六溴环十二烷同分异构体的含量。

(4) HY/T 260《海洋沉积物中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-串联质谱法》中3-7条款的相关内容及HY/T 261《海水中六溴环十二烷的测定高效液相色谱-串联质谱法》中3-7条款的相关内容。条款原文如下:

3 方法原理

海水中的六溴环十二烷经正己烷萃取,萃取液经无水硫酸钠脱水、硅胶柱净化浓缩后,通过高效液相色谱柱分离,以甲醇、乙腈和水为流动相进行洗脱,用高效液相色谱-串联质谱法测定 α -HBCD、 β -HBCD和 γ -HBCD的含量,内标法定量。

4 试剂或材料

4.1 除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,水符合GB/T6682一级水要求。

4.2 正己烷(CH₆):色谱纯。

4.3 甲醇(CH₃OH):色谱纯,

4.4 乙腈(CH₃CN):色谱纯。

4.5 二氯甲烷(CH₂Cl₂):色谱纯。

4.6 无水硫酸钠(Na₂SO₄):650℃灼烧4h,置于干燥器中备用。

4.7 六溴环十二烷(HBCD)单标储备液:标准物质, α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为100 μ g/mL。

4.8 六溴环十二烷同位素(¹³C-HBCD)单标储备液:标准物质,¹³C- α -HBCD、¹³C- β -HBCD、¹³C- γ -HBCD质量浓度均为50.0g/mL。

4.9 六溴环十二烷混合标准中间液:分别准确移取0.50mL α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD标准溶液(4.7),用甲醇稀释至 50.00 mL,配成 α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为1.00 μ g/mL的混合溶液,4℃冷藏保存,有效期6个月。

4.10 六溴环十二烷混合标准使用液:准确移取1.00mL六溴环十二烷混合标准中间液(4.9),用甲醇稀释至 10.00 mL, α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为100ng/mL的混合溶液,4℃冷藏保存,有效期1个月。

4.11 六溴环十二烷混合内标中间液:分别准确移取1.00mL¹³C- α -HBCD、¹³C- β -HBCD、¹³C- γ -HBCD内标溶液(4.8),用甲醇稀释至 50.00 mL,配成¹³C- α -HBCD、¹³C- β -HBCD、¹³C- γ -HBCD质量浓度均为1.00 μ g/mL的混合内标溶

液,4℃冷藏保存,有效期6个月。4.12 六溴环十二烷混合内标使用液:准确移取1.00mL六溴环十二烷混合内标中间液(4.11),用甲醇稀释至10.00 mL,13C- α -HBCD、13C- β -HBCD、13C- γ -HBCD质量浓度均为100ng/ml,的混合内标溶液,4℃冷藏保存,有效期1个月。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱-串联质谱仪:配备电喷雾(ESI)离子源。

5.2 色谱柱:Cs柱2.1mm $\times$ 100mm,1.7 μ m,或性能相当的色谱柱

5.3 硅胶固相萃取小柱:6mL,含1000mg硅胶。

5.4 旋转蒸发仪。

5.5 有机相微孔滤膜,玻璃纤维滤膜:孔径0.22 μ m和0.45 μ m。

5.6 固相萃取装置。

5.7 氮气吹干仪。

5.8 涡旋混合器,不低于1500r/min。

6 样品

采集水样体积应不少于500ml,海水样品的采集、预处理、制备和保存,按GB17378.3-2007中第4章的有关规定执行。

7 试验步骤

7.1 提取

量取500ml海水样品于锥形分液漏斗中,加入100 μ L混合内标使用液(4.12)和20mL正己烷(4.2),剧烈振荡2min,静置分层后,取上层正己烷,过装有无水硫酸钠漏斗脱水,收集于旋转蒸发瓶中,再加入20mL正己烷(4.2)重复上述操作,合并2次萃取液,于40℃水浴中旋转蒸发浓缩至近干,加入5 mL正己烷(4.2)溶解,振荡1 min 备用。

7.2 净化

移取提取液加至已用5ml正己烷(4.2)活化后的硅胶柱固相萃取柱上,先用2ml正己烷(4.2)淋洗,再用5ml二氯甲烷(4.5)洗脱,洗脱流速为1.0ml/min,用15ml离心管收集洗脱液,洗脱液于40℃氮气吹干,加1.00 mL甲醇(4.3),旋涡振荡1min,经0.22 μ m有机相微孔滤膜过滤后分析

7.3 空白试验

除不加样品外,按7.1和7.2的步骤进行前处理,将处理后的待测液用高效液相色谱-串联质谱仪按7.5步骤进行测定。

7.4 标准曲线的制备及测定

准确移取适量0 μL 、10 μL 、50 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL LHBCD混合标准使用液(4.10),分别加入100 μL 13C-HBCD混合内标使用液(4.12),用甲醇溶液稀释至1.00mL,得到浓度0ng/mL、1.00ng/mL、5.00ng/mL、10.0ng/mL、20.0ng/mL、50.0ng/mL,系列标准工作液,标准工作液中的内标物浓度均为10.0ng/mL。按7.5步测定。

7.5 样品测定

宜参照下述仪器分析条件测定:

a) 流动相:A:纯水,B:甲醇乙腈溶液(甲醇:乙腈=4:6,体积比),流动相梯度洗脱程序见表1(注:原文为表1,此处为表3.4);

b) 流速:0.30 mL/min;

c) 柱温:40°C;

d) 进样量:10 μL ;

e) 离子源:电喷雾,负离子模式;

f) 扫描方式:选择反应监测,选择反应监测母离子、子离子和碰撞能量见表2(注:原文为表2,此处为表3.5);

g) 毛细管电压:3.5kV;

h) 脱溶剂气温度:380°C;

i) 锥孔电压:18V;

j) 锥孔气流量:50L/h;

k) 脱溶剂气流量:800L/h。

表3.4 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	80	20
1.00	25	75
8.00	15	85
10.00	80	20

表3.5 选择反应监测母离子、子离子和碰撞电压

化合物	母离子m/z	子离子m/z	碰撞电压V
α -HBCD	640.4	80.9 ^a	15
		78.9	15
β -HBCD	640.4	80.9 ^a	15
		78.9	15
γ -HBCD	640.4	80.9 ^a	15
		78.9	15
¹³ C- α -HBCD	652.3	78.9	15
¹³ C- β -HBCD	652.3	78.9	15
¹³ C- γ -HBCD	652.3	78.9	15
^a 为定量碎片离子。			

(5) GB/T 38415《玩具中四溴双酚A和六溴环十二烷含量的测定 高效液相色谱-串联质谱法》中3-6条款的相关内容。条款原文如下：

3 原理

粉碎或剪碎后的试样,用丙酮-正己烷进行索氏提取或超声波辅助提取,浓缩定容后,取一定体积的定容液经甲醇-水溶液稀释,用高效液相色谱-串联质谱法进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为符合GB/T6682规定的一级水

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 甲苯:色谱纯。

4.5 丙酮。

4.6 正己烷。

4.7 丙酮-正己烷溶液(1+1,体积比):取 100 mL,丙酮(4.5)和 100 ml,的正己烷(4.6),混匀。

4.8 甲醇-水溶液(7+3,体积比):取30 mL水(4.1)和 70 mL甲醇(4.2),混匀。

4.9 标准品:四溴双酚 A纯度大于或等于 95%, α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷纯度大于或等于 98%。标准品的中文名称,英文名称、分子式、CAS号和化学结构式参见附录A的表 A.1。

4.10 标准储备溶液(100 mg/L):准确称取适量的四溴双酚 A、 α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷标准品(4.9),分别用甲醇(4.2)溶解定容[六溴环十二烷需先加入适量的甲苯(4.4)溶解],配制成质量浓度为100mg/l的标准储备液,于0℃~4℃冰箱中保存。

4.11 混合标准溶液(10 mg/L):准确量取 1.00 mL,四溴双酚 A、 α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷标准品标储备溶液(4.10)至10ml,容量瓶中,用甲醇(4.2)定容至刻度,配制成10mg/l的标准混合溶液,于0℃~4℃冰箱保存。

4.12 标准工作溶液:用甲醇-水溶液(4.8)将混合标准溶液(4.11)逐级稀释,得到质量浓度分别为2 μ g/L、5.0 μ g/L、10.0 μ g/L、40 μ g/L、80 μ g/L、100 μ g/L的标准工作溶液。

4.13 膜过滤器:0.22 μ m。

4.14 纤维素抽提套筒

4.15 定量滤纸。

4.16 离心管:50 mL,具螺口盖

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)

5.2 分析天平,精确到 0.001g。

5.3 索氏抽提器(100mL)

5.4 旋转蒸发仪,

5.5 涡旋混匀器

5.6 粉碎研磨仪

5.6 超声波提取器

5.8 离心机:转速不低于6000r/min。

6 分析步骤

6.1 试样制备与保存

用机械方式将玩具样品拆解为多个单一材料的样品。塑料材质样品经液氮冷冻后,用粉碎研磨仪(5.6)粉碎成最大尺寸不超过1mm的颗粒,混匀后作为待测试样,于室温保存。纺织材料样品用剪刀剪成小于5 mm×5 mm 的片状,待测。

6.2 试样处理

6.2.1 索氏提取

称取上述混匀好的试样 0.5g(精确到 0.001g),放于纤维素套筒(4.14)或包在定量滤纸(4.15)中,再将其放置于安装好的索氏提取装置(5.3)中,加入约80mL,的丙酮-正己烷混合溶液(4.7)为萃取浴剂,加热回流萃取4h,每个萃取循环大约3min~4 min。待溶液冷却后,用旋转蒸发仪(5.4)浓缩提取液至 10 mL左右,转移并用丙酮(4.5)定容至 25 mL。准确吸取 0.1 mL定容液,用甲醇-水溶液(4.8)定容至5m,涡旋振荡1min,经膜过滤器(4.13)过滤,待测。

6.2.2 超声提取

称取上述混匀好的试样 0.5 g(精确到 0.001g),放于离心管(4.16)中,加人25 mL,丙酮-正己烷混合溶液(4.7),在超声波提取器(5.7)中萃取25 min,用离心机(5.8)6000r/min离心5min,上清液转移至旋转蒸发瓶中:重复以上步骤1次,合并两次的提取液。待溶液冷却后,用旋转蒸发仪(5.4)浓缩提取液至 10 mL,左右,转移并用丙酮(4.5)定容至 25 mL。准确吸取 0.1 mL定容液,用甲醇-水溶液(4.8)定容至5m,涡旋振荡1min,经膜过滤器(4.13)过滤,待测。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱-串联质谱仪参考条件

使用的仪器不同,最佳的分析条件可能不同,因此不可能给出测试条件的通用参数。附录B中给出的色谱和质谱条件参数被证明是可行的。

6.3.2 标准曲线的绘制

标准工作溶液(4.12)按6.3.1的测定条件浓度由低到高进样测定,以定量离子峰面积和浓度作图得到标准曲线回归方程,标准曲线的线性相关系数不小于0.990。在上述分析条件下标准物质的多反应监测色谱图参见附录C。

6.3.3 定性确证

在上述条件下进行测定,试液中待测物的保留时间应与目标物质保留时间相一致(变化范围在±2.5%之内),各离子对的相对丰度应与标准品的相对丰度一致,误差不超过表1中规定的范围(注:原文为表1,此处为表3.6)。

表3.6 定性测定时相对离子丰度最大容许偏差

相对离子丰度(基峰)/%	>50	20~50(含)	10~20(含)	<10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

6.3.4 定量测定

按6.3.1测定条件对待测样进行测定,用外标法定量。待测样液中目标化合物响应值应在标准曲线的线性范围内,超出线性范围最高点则用甲醇-水溶液(4.8)稀释后再进行测定。

(6) SN/T 3998《涂料中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱法》中3-7条款的相关内容。条款原文如下:

3 方法提要

试样用二氯甲烷超声提取,提取液经有机膜过滤后,用气相色谱-质谱法(GC/MS)测定。根据其保留时间及质谱图定性,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 六溴环十二烷(HBCD,CAS号3194-55-6):纯度>97.5%。

4.2 二氯甲烷:色谱纯。

4.3 HBCD标准储备液的配制:准确称取0.05g标准品(精确到 0.0001g)(4.1),用二氯甲烷(4.2)溶解并转移至 50ml,容量瓶中稀释至刻度,混匀,配制成浓度为1000mg/L的标准储备溶液,放置4℃冰箱中备用。

4.4 HBCD标准工作溶液的配制:移取适量标准储备液(4.3),用二氯甲烷(4.2)逐级稀释,配制成浓度分别为50mg/L、100mg/L、250mg/L、500mg/L、1000mg/L的标准工作溶液,现用现配。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击源(EI)。

5.2 分析天平:感应量为 0.1mg。

5.3 超声波清洗器(>100W)。

5.4 旋涡混合器。

5.5 具塞比色管:10 mL。

5.6 有机过滤膜:0.45 μm。

6 试样制备

参照GB18581取样和制备样品。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

称取经混匀后的样品约0.5g(精确到0.0001g),置于10ml具塞比色管(5.5)内,用二氯甲烷(4.2)稀释至刻度,在旋涡混合器(5.4)上混匀后,超声波萃取5min,补充二氯甲烷(4.2)到10ml刻线,摇匀定容后取上清液经有机过滤膜(5.6)过滤,滤液待测。

7.2 测定

7.2.1 仪器条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱-质谱分析的通用参数。设计的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下列给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:DB-5MS毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μ m,或相当者;
- b) 程序升温:初始温度60℃,保持2 min,30 °C/min 升至 150℃,15 °C/min升至300 °C,保持10 min;
- c) 进样口温度:230℃;
- d) 色谱-质谱接口温度:280℃
- e) 进样方式:不分流进样;
- f) 载气:氦气(纯度 $\geq$ 99.9996),1.0 mL/min 恒流;
- g) 进样量:1 μ L;
- h) 电离源:EI;
- i) 电离能量:70eV;
- j) 离子源温度:230℃;
- k) 四极杆温度:150℃;
- l) 溶剂延迟时间:6min;
- m) 质量扫描方式:选择离子扫描模式(SIM);定性离子157 amu, 239 amu, 319 amu, 401 amu;离子丰度比为100:89.2:55.3:19.3。定量离子 239 amu。

7.2.2 气相色谱-质谱分析

7.2.2.1 标准溶液的测定

根据 7.2.1仪器条件测定 HBCD标准工作溶液(4.4),记录色谱峰的保留时间和峰面积。HBCD总离子流图参见图 A.1,选择离子图参见图 A.2.

7.2.2.2 样品的测定

根据7.1进行样品处理,得到的样液根据7.2.1仪器测定条件进行测定,记录色谱峰的保留时间、质谱图和峰面积,根据保留时间和质谱图定性,选择7.2.1m)中的定量离子用外标法定量。被测组分含量高的试样可适当稀释后进行测定。

7.3 空白试验

空白试验除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量。

3.5 含 HBCD 废物的储存与预处理及条文说明

3.5.1 废物的储存

生活垃圾焚烧厂应设置含HBCD废物储存区,其要求应满足 GB/T 51452中的规定。

3.5.2 废物的预处理与配伍

生活垃圾焚烧厂应设置含 HBCD 废物预处理系统,预处理系统应具备破碎、混合搅拌、分选和筛分等功能,其要求应满足 GB/T 51452 中的规定。

关于 3.5 的条文说明:

(1) “生活垃圾焚烧厂应设置含 HBCD 废物储存区”的规定参考了 GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》6.1.2、7.1.1 和 7.3 条款的相关要求。GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》6.1.2、7.1.1 和 7.3 条款原文如下:

6.1.2 垃圾池间和卸料大厅宜结合地形、地质条件进行平面和竖向布置。带有预处理工艺的焚烧厂,可设置原生垃圾和成品垃圾两个储存间,两个储存间的布置应有利于物料的输送。

7.1.1 焚烧厂应根据焚烧设备的特点和工艺要求配置相应的垃圾接收、输送、储存和预处理系统。

7.3 垃圾储存

7.3.1 焚烧厂应设置垃圾池间储存进厂垃圾,垃圾池间应满足垃圾沥水、储存和匀化的要求;带有生活垃圾预处理系统的焚烧厂,宜分别设置原生垃圾池间和处理后的成品垃圾池间。

7.3.2 垃圾池间总有效容积可按 5d~7d 额定垃圾焚烧量确定垃圾池间净宽度不应小于抓斗最大张开尺寸的 2.5 倍。

7.3.3 垃圾池间底部宜有不小于 1%的渗沥液导排坡度,坡向一侧的渗沥液导排口。

7.3.4 垃圾池间渗沥液收集导排设施的设计应符合下列规定:

- 1 渗沥液导排口宜设在垃圾池间侧墙底部,并沿侧墙均匀布置;
- 2 垃圾渗沥液收集沟道间应设置可燃气体在线报警系统和通风系统,在线报警和通风系统的设计应符合本标准第 16.3.4 条的有关规定;
- 3 应设置渗沥液导排口和导排沟的人工清理通道及冲洗设施。

以上条款原文内容来自 GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》6.1.2、7.1.1 和 7.3 条款。若 GB/T 51452 有修订,GB/T 51452 最新版本(包括所有的修改单)中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中,标注为“GB/T 51452 生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准”,表明该文件的最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

(2)“生活垃圾焚烧厂应设置含 HBCD 废物预处理系统,预处理系统应具备破碎、混合搅拌、分选和筛分等功能”的规定参考了 GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》7.5 条款的相关要求。GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》7.5 条款原文如下:

7.5 垃圾预处理

7.5.1 大件垃圾较多时,宜在厂内设置大件垃圾分拣、破碎设施。

7.5.2 处理原生混合生活垃圾的流化床焚烧厂应设置生活垃圾预处理系统,预处理系统的工艺设计及设备配置应根据当地生活垃圾成分及焚烧炉稳定运行要求确定。7.5.3 没有垃圾预处理系统的焚烧厂,垃圾预处理系统的设计应符合下列规定:

- 1 宜设置大件垃圾人工分拣工位,有条件的可设置大件垃圾破碎设备;
- 2 所选破碎机应具有防软物质缠绕和硬物质卡死的功能,并宜具有破碎物料粒度可调功能;
- 3 对含水率较大的垃圾,可配置去除水分的工艺和设备;
- 4 对含灰土较多的垃圾,可配置去除灰土的工艺和设备。

以上条款原文内容来自 GB/T 51452-2024《生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准》7.5 条款。若 GB/T 51452 有修订,GB/T 51452 最新版本(包括所

有的修改单)中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中,标注为“GB/T 51452 生活垃圾焚烧处理与能源利用工程技术标准”,表明该文件的最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

3.6 处置要求及条文说明

3.6.1 生活垃圾焚烧炉应保证炉膛主控温度区焚烧温度 $\geq 850^{\circ}\text{C}$,炉膛内烟气停留时间 ≥ 2 秒,其他技术性能指标应满足 GB 18485 要求。

3.6.2 含 HBCD 废物进料应均匀连续,保证含 HBCD 废物充分燃烧,不影响生活垃圾焚烧过程污染物排放。

3.6.3 在生活垃圾焚烧炉达到正常生产工况并稳定运行至少 3 天后,方可投加含 HBCD 废物;因生活垃圾焚烧炉维修、事故检修等原因停炉前至少 3 天内禁止投加含 HBCD 废物;非正常工况下禁止投加含 HBCD 废物。

关于 3.6 的条文说明:

(1)“生活垃圾焚烧炉应保证炉膛主控温度区焚烧温度 $\geq 850^{\circ}\text{C}$,炉膛内烟气停留时间 ≥ 2 秒,其他技术性能指标”的规定参考了 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》5.3 条款的相关要求。GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》5.3 条款原文如下:

5.3 生活垃圾焚烧炉的主要技术性能指标应满足下列要求。

5.3.1 炉膛内焚烧温度、炉膛内烟气停留时间和焚烧炉渣热灼减率应满足表1(原文为表1,此处为表3.7)的要求。

表3.7 生活垃圾焚烧炉主要技术性能指标

序号	项目	指标	检验方法
1	炉膛内焚烧温度	$\geq 850^{\circ}\text{C}$	在二次空气喷入点所在断面、炉膛中部断面和炉膛上部断面中至少选择两个断面分别布设监测点,实行热电偶实时在线测量
2	炉膛内烟气停留时间	≥ 2 秒	根据焚烧炉设计书检验和制造图核验炉膛内焚烧温度监测点断面间的烟气停留时间

3	焚烧炉渣热 灼减率	≤5%	HJ/T 20
---	--------------	-----	---------

5.3.2 2015年12月31日前，现有生活垃圾焚烧炉排放烟气中一氧化碳浓度执行GB18485-2001中规定的限值。

5.3.3 自2016年1月1日起，现有生活垃圾烧炉排放烟气中一氧化碳浓度执行表2（原文为表2，此处为表3.8）规定的限值。

5.3.4 自2014年7月1日起，新建生活垃圾焚烧炉排放烟气中一氧化碳浓度执行表2（原文为表2，此处为表3.8）规定的限值。

表3.8 新建生活垃圾焚烧炉排放烟气中一氧化碳浓度限值

取值时间	限值 (mg/m ³)	监测方法
24小时均值	80	HJ/T 44
1小时均值	100	

以上条款原文内容来自 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》5.3 条款。若 GB 18485 有修订，GB 18485 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

（2）“在生活垃圾焚烧炉达到正常生产工况并稳定运行至少 3 天后，方可投加含 HBCD 废物；因生活垃圾焚烧炉维修、事故检修等原因停炉前至少 3 天内禁止投加含 HBCD 废物；非正常工况下禁止投加含 HBCD 废物”的规定参考了 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》7.2、7.3 和 7.4 条款的相关要求。GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》7.2、7.3 和 7.4 条款原文如下：

7.2 焚烧炉在停炉时，自停止投入生活垃圾开始，启动垃圾助燃系统，保证剩余垃圾完全燃烧，并满足本标准表 1 所规定的炉膛内焚烧温度的要求。

7.3 焚烧炉在运行过程中发生故障，应及时检修，尽快恢复正常。如果无法修复应立即停止投加生活垃圾，按照本标准 7.2 条要求操作停炉。每次故障或者事故持续排放污染物时间不应超过 4 小时。

7.4 焚烧炉每年启动、停炉过程排放污染物的持续时间以及发生故障或事故

排放污染物持续时间累计不应超过 60 小时。

以上条款原文内容来自 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》7.2、7.3 和 7.4 条款。若 GB 18485 有修订，GB 18485 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3.7 污染控制与监测要求及条文说明

3.7.1 污染控制要求

3.7.1.1 生活垃圾焚烧烟气处理系统应至少具备除尘、脱硫、脱硝、脱酸、去除二噁英及重金属类污染物的功能。

3.7.1.2 生活垃圾焚烧污染控制设施及排放限值应满足 GB 18485 相关规定。

3.7.1.3 焚烧处置含 HBCD 废物时，HBCD 的焚毁去除率应 $\geq 99.9999\%$ 。

3.7.1.4 生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，烟气中溴化氢的排放限值为 5 mg/m^3 执行。

3.7.1.5 生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，烟气中溴代二噁英的排放限值为 0.1 ng TEQ/m^3 。

关于 3.7.1 的条文说明：

（1）“生活垃圾焚烧污染控制设施及排放限值”、“生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，烟气中溴代二噁英的排放限值为 0.1 ng TEQ/m^3 ”的规定参考了 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》8.2、8.3、8.4 和 8.5 条款的相关要求。GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》8.2、8.3、8.4 和 8.5 条款原文如下：

8.2 自 2016 年 1 月 1 日起，现有生活垃圾焚烧炉排放烟气中污染物浓度执行表 4（原文为表 4，此处为表 3.9）规定的限值。

8.3 自 2014 年 7 月 1 日起，新建生活垃圾焚烧炉排放烟气中污染物浓度执行表 4（原文为表 4，此处为表 3.9）规定的限值。

表 3.9 生活垃圾焚烧炉排放烟气中污染物限值

序号	污染物项目	限值	取值时间
1	颗粒物 (mg/m^3)	30	1小时均值

		20	24小时均值
2	氮氧化物 (NO _x) (mg/m ³)	300	1小时均值
		250	24小时均值
3	二氧化硫 (SO ₂) (mg/m ³)	100	1小时均值
		80	24小时均值
4	氯化氢 (HCl) (mg/m ³)	60	1小时均值
		50	24小时均值
5	汞及其化合物 (以Hg计) (mg/m ³)	0.05	测定均值
6	镉、铊及其化合物 (以Cd+Ti计) (mg/m ³)	0.1	测定均值
7	锑、砷、铅、铬、钴、铜、锰、镍及其化合物 (以Sb+As+Pb+Cr+Co+Cu+Mn+Ni计) (mg/m ³)	1.0	测定均值
8	二噁英类 (ng TEQ/m ³)	0.1	测定均值
9	一氧化碳 (CO) (mg/m ³)	100	1小时均值
		80	24小时均值

8.4 生活污水处理设施产生的污泥、一般工业固体废物的专用焚烧炉排放烟气中二噁英类污染物浓度执行表 5 (原文为表 5, 此处为表 3.10) 中规定的限值。

表 3.10 生活污水处理设施产生的污泥、一般工业固体废物专用焚烧炉排放烟气中二噁英类限值

焚烧处理能力（吨/日）	二噁英排放限值（ng TEQ/m ³ ）	取值时间
>100	0.1	测定均值
50~100	0.5	测定均值
<50	1.0	测定均值

8.5 在本标准 7.1、7.2、7.3 和 7.4 条规定的时间内，所获得的监测数据不作为评价是否达到本标准排放限值的依据，但在这些时间内颗粒物浓度的 1 小时均值不得大于 150 mg/m³。

“生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，烟气中溴化氢的排放限值为 5 mg/m³ 执行”的规定参考了 DB 31/933-2015《大气污染物综合排放标准》4.1 条款的相关要求。DB 31/933-2015《大气污染物综合排放标准》4.1 条款原文如下：

4.1 组织排放限值

4.1.1 现有源 2017 年 1 月 1 日前仍执行现行标准，自 2017 年 1 月 1 日起执行表 1（原文为表 1，此处为表 3.11）和附录 A 中规定的大气污染物排放限值。

4.1.2 自本标准实施之日起，新源执行表 1（原文为表 1，此处为表 3.11）和附录 A 中规定的大气污染物排放限值。

表3.11 大气污染物项目排放限值

序号	污染物项目	最高允许排放浓度mg/m ³	最高允许排放速率kg/h
33	溴化氢	5.0	0.144
		20	24小时均值

以上条款原文内容（含表 3.9-表 3.11 中数据）来自 GB 18485-2014《生活垃

圾焚烧污染控制标准》8.2、8.3、8.4 和 8.5 条款和 DB 31/933-2015《大气污染物综合排放标准》4.1 条款。若 GB 18485 和 DB 31/933 有修订，GB 18485 和 DB 31/933 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准”“DB 31/933-2015 大气污染物综合排放标准”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3.7.2 监测要求

3.7.2.1 生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物设施的废气监测，在含 HBCD 废物稳定投加至少 4 h 后进行。

3.7.2.2 生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，对烟气中溴化氢的监测应当每半年至少开展 1 次，其检测方法参照 HJ 1040。

3.7.2.3 生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，对烟气中溴代二噁英类的监测应当每年至少开展 1 次，其检测方法参照 HJ 77.2。

3.7.2.4 烟气中其他污染物的监测要求，按照 GB 18485 中的规定执行。

关于 3.7.2 的条文说明：

（1）“生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，对烟气中溴化氢的监测应当每半年至少开展 1 次”的规定参考了 HJ 1040-2019《固定污染源废气溴化氢的测定离子色谱法》4、8.1、8.2、8.3、9 和 10.1 条款的相关要求。HJ 1040-2019《固定污染源废气溴化氢的测定离子色谱法》4、8.1、8.2、8.3、9 和 10.1 条款原文如下：

4 方法原理

固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中的化氢，用吸收液吸收形成离子经离子色谱分离，电导检测器检测。根据保留时间定性，峰高或峰面积定量。

8.1 样品采集

8.1.1 有组织排放废气样品

按照 GB/T 16157、HJ/T 397 的相关规定进行布点及采样。采样装置见图 1（原文为图 1，此处为图 3.1）。串联两支各装 50.0 ml 碱性吸收液(6.7)的 75 ml 棕色气泡吸收瓶(7.4)，与烟气采样器(7.1)连接按照气态污染物采集方法，以

0.5L/min~1.0L/min 的流量，连续 1h 采样，或在 1h 内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品。

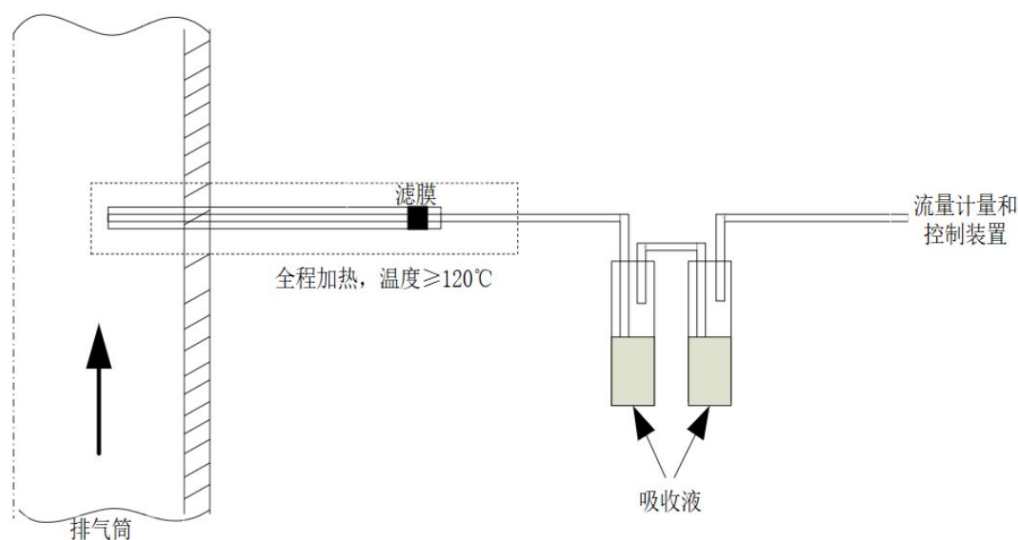


图3.1 有组织排放废气中溴化氢采样示意图

注 1：当固定污染源废气中含溴时，串联四支 75 m 棕色气泡吸收瓶(7.4)，前两支各装 50 m 硫酸吸收液(6.8)，后两支各装 50 m 碱性吸收液(6.7)，前、后两组吸收瓶分别吸收溴化氢和溴。

注 2：当固定污染源废气中水分含量较大,溴化氢吸湿以雾滴形式存在时,布点和采样应符合 GB/T 16157、HJ/T 397 中有关颗粒物采集方法的规定。采样装置见图 2（原文为图 2，此处为图 3.2）。串联两支各装 50m 碱性吸收液(6.7)的 75 m 棕色气泡吸收瓶(7.4),与颗粒物采样器(7.3)连接,按照颗粒物采集方法采样。通过分流装置,将溴化氢气体采样流量控制在 0.5 Lmin~1.0 Umin,连续 1h 采样,或在 1h 内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品。当固定污染源废气中含有溴干扰时,吸收瓶串联方式按注 1 操作。

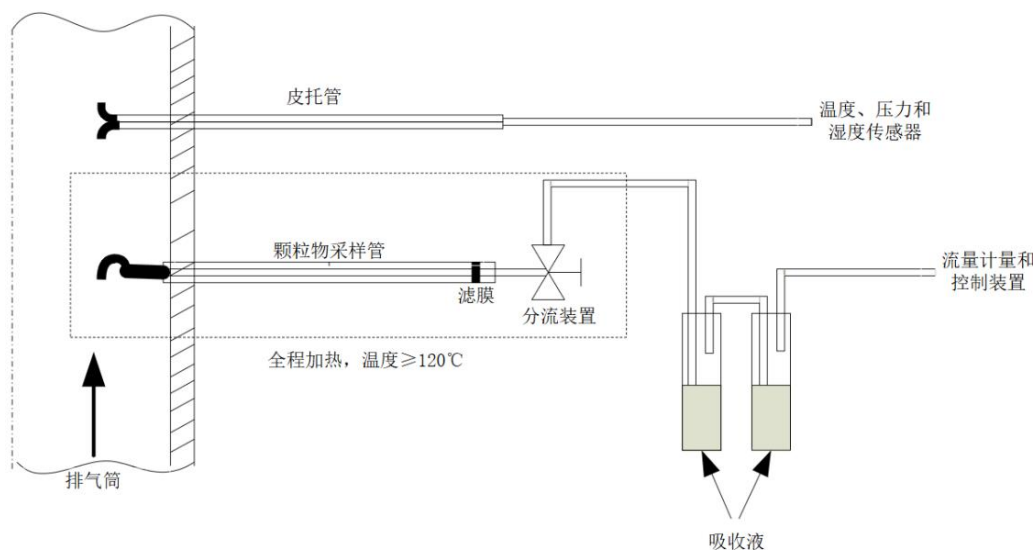


图3.2 有组织排放废气中溴化氢采样示意图

8.1.3 全程序空白

将同批次装入吸收液的吸引瓶带至采样现场，不与采样器连接，采样结束后带回实验室待测。

8.2 样品保存

样品采集后用连接管(7.5)密封吸收瓶，于 4℃以下冷藏、避光和密封保存，应 24 h 内完成分析测定。如不能及时分析，应将样品转移到聚乙烯瓶中，于 4℃以下冷藏、避光和密封可保存 14 d。

8.3 试样的制备

8.3.1 有组织排放废气试样

将两支吸收瓶中的样品溶液(8.1.1)分别移入两支 50ml 具塞比色管中，用少量水洗涤吸收瓶内壁并入比色管中，定容，摇匀。

注：对含溴的废气样品，将前两支气泡吸收瓶中的硫酸吸收液分别移入两支 50 ml 比色管中，用少量水洗涤吸收瓶内壁并入比色管中，稀释定容，摇匀。用适量氢氧化钠溶液(6.11)将样品 pH 调整到色谱柱的允许范围内。

8.3.3 全程序空白试样

全程序空白(8.1.3)分别按照有组织排放废气试样和无组织排放监控点空气试样相同步骤制备。

8.3.4 实验室空自试样

取同批次的吸收液,分别按照有组织排放废气试样和无组织排放监控点空气试样相同步骤制备。

9 分析步骤

9.1 色谱参考条件

参考条件 1: 淋洗液为 35 mmol/L 氢氧化钾溶液, 等度淋洗, 流速为 1.00 ml/min, 进样量为 25 μ l, 柱温为 30 $^{\circ}$ C, 抑制器电流为 104 mA。

参考条件 2: 淋洗液为 1.8 mmol/L 碳酸钠和 1.7 mmol/L 碳酸氢钠混合溶液, 等度淋洗, 流速为 1.00 ml/min, 进样量为 20 μ l, 柱温为 30 $^{\circ}$ C, 抑制器电流为 40 mA。

9.2 标准曲线的建立

分别移取 0.00 ml、0.10 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.50 ml、5.00 ml 溴化物标准使用液(6.6)于 6 支 50 ml 容量瓶中, 用水定容, 混匀。该标准系列中溴离子质量浓度(以 Br^- 计)分别为 0.00 mg/L、0.20 mg、1.00 mg、2.00 mg、5.00 mg、10.0 mg(参考浓度)。

按照色谱参考条件(9.1), 由低浓度到高浓度的顺序依次进行测定, 记录峰面积或峰高。以溴离子的质量浓度(以 Br^- 计, mg/L)为横坐标, 以其对应的峰高或峰面积为纵坐标, 建立标准曲线。氢氧根淋洗液体系中溴离子色谱图见图 3 (原文为图 3, 此处为图 3.3), 碳酸根淋洗液体系中溴离子参考色谱图见图 4 (原文为图 4, 此处为图 3.4)。

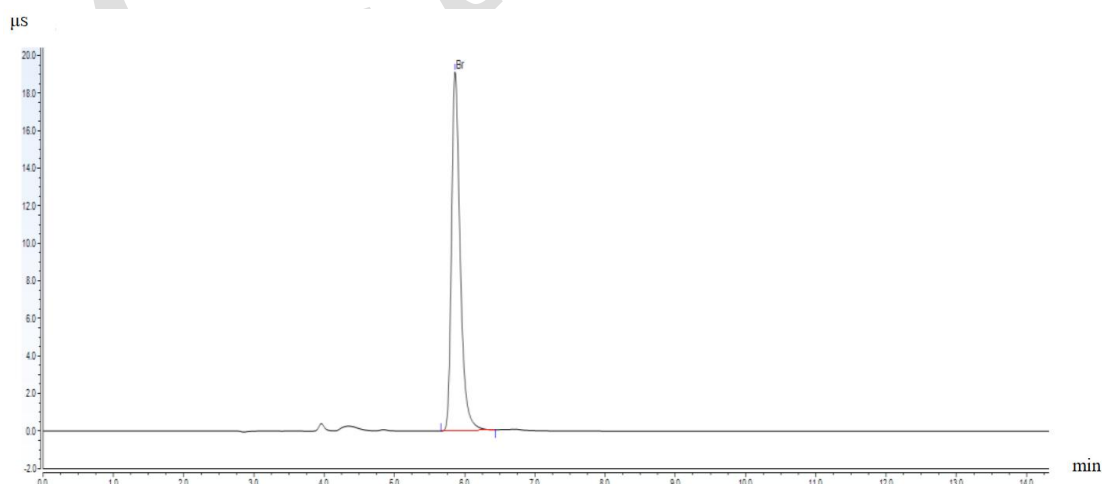


图3.3 氢氧根淋洗液体系中溴离子参考色谱图

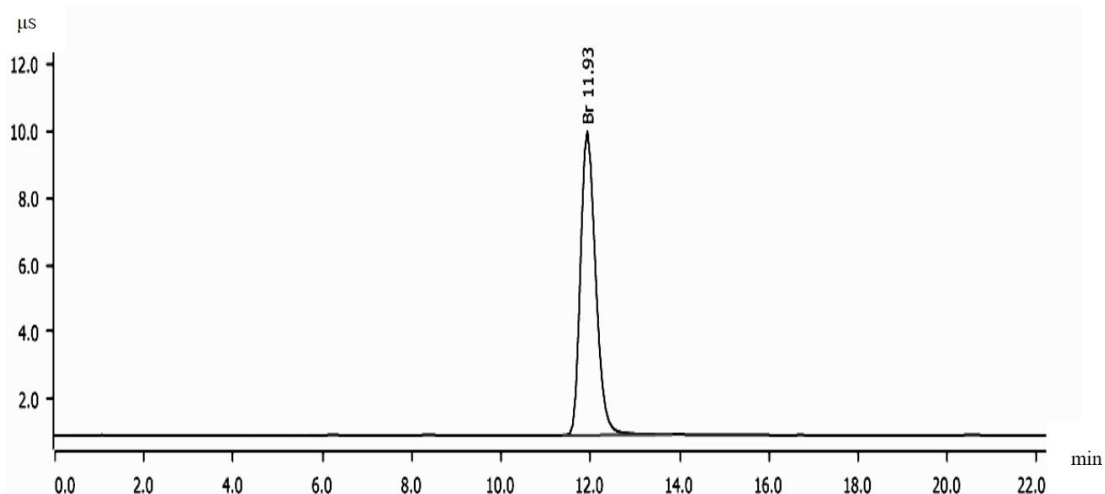


图3.4 碳酸根淋洗液体系中溴离子参考色谱图

9.3 试样测定

将制备好的试样(8.3.1 和 8.3.2)用一次性微孔滤膜针筒过滤器(6.12)过滤,再用注射器(7.8)注入离子色谱仪,按照与标准曲线的建立(9.2)相同的色谱条件进行试样的测定。

9.4 空白试验

将制备好的空白试样(8.3.3 和 8.3.4)按照与试样测定(9.2)相同的操作和色谱条件进行测定。

10.1 结果计算

10.1.1 有组织排放废气样品

按照公式(2)计算有组织排放废气中溴化氢的浓度:

$$\rho_{(\text{HBr})} = \frac{(\rho_1 + \rho_2) \times 50.0}{V_{nd}} \times \frac{80.9}{79.9} \times D \quad (2)$$

式中: $\rho_{(\text{HBr})}$ ——有组织排放废气中 HBr 的浓度, mg/m^3 ;

ρ_1 ——第一支具塞比色管试样中 Br^- 浓度, mg/L ;

ρ_2 ——第二支具塞比色管试样中 Br^- 浓度, mg/L ;

V_{nd} ——标准状态下干烟气的采样体积, L;

80.9——HBr 的摩尔质量, g/mol ;

79.9—— Br^- 的摩尔质量, g/mol ;

50.0——定容体积, ml;

D——试样稀释倍数。

以上条款原文内容来自 HJ 1040-2019《固定污染源废气溴化氢的测定离子色谱法》4、8.1、8.2、8.3、9 和 10.1 条款。若 HJ 1040 有修订, HJ 1040 最新版本(包括所有的修改单)中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中, 标注为“HJ 1040-2019 固定污染源废气溴化氢的测定离子色谱法”, 表明该文件的最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

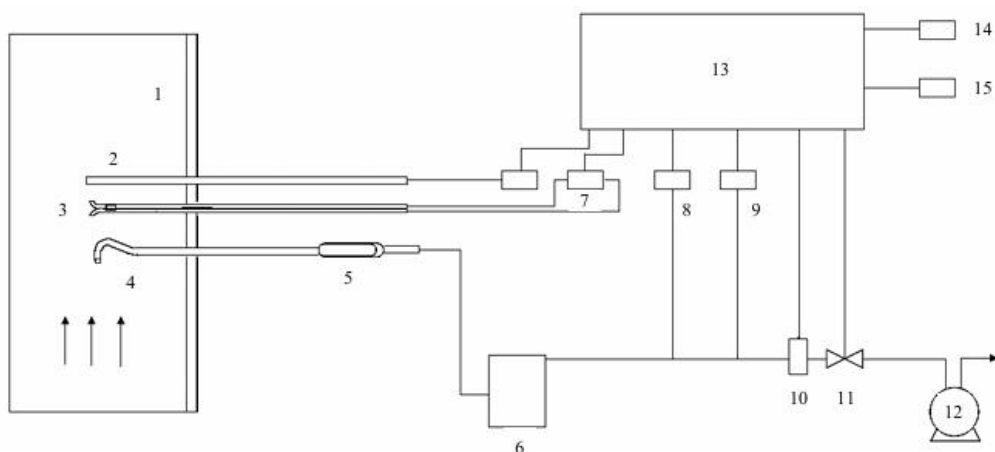
(2) “生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时, 对烟气中溴代二噁英类的监测应当每年至少开展 1 次”的规定参考了 HJ 77.2-2008《环境空气和废气二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》4、6.1.2、7.2 和 10.5 条款的相关要求。HJ 77.2-2008《环境空气和废气二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》4、6.1.2、7.2 和 10.5 条款原文如下:

4 方法原理

本方法采用同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法测定环境空气、废气中的二噁英类, 规定了环境空气、废气中二噁英类的采样、样品处理及仪器分析等过程的标准操作程序以及整个分析过程的质量管理措施。利用滤膜和吸附材料对环境空气、废气中的二噁英类进行采样, 采集的样品加入提取内标, 分别对滤膜和吸附材料进行处理得到样品提取液, 再经过净化和浓缩转化为最终分析样品, 用高分辨气相色谱-高分辨质谱法(HRGC-HRMS)进行定性和定量分析, 见附录 A“二噁英类分析流程图”。

6.1.2 废气二噁英类采样装置

废气二噁英类采样装置可选用 HJ/T 365 中推荐的仪器, 其构成包括采样管、滤筒(或滤膜)、气相吸附单元、冷凝装置、流量计量和控制装置等部分, 见图 2 (原文为图 2, 此处为图 3.5)。



1—烟道；2—热电偶或热电阻温度计；3—皮托管；4—采样管；5—滤筒（或滤膜）；
6—带有冷凝装置的气相吸附单元；7—微压传感器；8—压力传感器；9—温度传感器；10—流量传感器；
11—流量调节装置；12—采样泵；13—微处理系统；14—微型打印机或接口；15—显示器

图 3.5 废气二噁英类采样装置示意图

7.2 废气二噁英类采样方法

7.2.1 采样之前进行必要的资料收集或现场调查，确认采样现场符合废气二噁英类采样基本要求。

7.2.2 根据烟道断面大小，确定采样点数和位置。开始采样前，预先测定各采样点处的废气温度、水分含量、压力、气流速度等参数，结合所选采样嘴直径，根据 GB/T16157 计算出等速采样条件下各采样点所需的采样流量。

7.2.3 根据样品采样量和等速采样流量，确定总采样时间及各点采样时间。由于废气采样的特殊性，采样需在一段较长的时间内进行以避免短时间的不稳定工况对采样结果造成影响，一般总采样时间应不少于 2h。样品采样量还应同时满足方法检出限的要求。

7.2.4 采样前加入采样内标。要求采样内标物质的回收率为 70%~130%，超过此范围要重新采样。

7.2.5 连接废气二噁英类采样装置，检查系统的气密性。

7.2.6 将采样管插入烟道第一采样点处，封闭采样孔，使采样嘴对准气流方向(其与气流方向偏差不得大于 10°)，启动采样泵，迅速调节采样流量到第一采样点所需的等速流量值，采样流量与计算的等速流量之间的相对误差应在 $\pm 10\%$ 的范围内。

7.2.7 采样期间当压力、温度有较大变化时，需随时将有关参数输入计算器，重新计算等速采样流量并调节流量计至所需的等速采样流量。若滤筒阻力增大到

无法保持等速采样,则应更换滤筒后继续采样采样过程中,气相吸附柱应注意避光,并保持在 30℃以下。

7.2.8 第一点采样后,立即将采样管移至第二采样点,迅速调整采样流量到第二采样点所需的等速流量值,继续进行采样。依此类推,顺序在各点采样。

7.2.9 采样结束后,迅速抽出采样管,同时停止采样泵,记录起止时间、累计流量计读数等参数。

7.2.10 拆卸采样装置时应尽量避免阳光直接照射。取出滤筒保存在专用容器中,用水冲洗采样管和连接管,冲洗液与冷凝水一并保存在棕色试剂瓶中。气相吸附柱两端密封后避光保存。样品应尽快送至实验室分析。

10.5 样品测定

取得相对响应因子之后,对处理好的最终分析样品按下述步骤测定:

10.5.1 标准溶液确认选择中间质量浓度的标准溶液,按一定周期或频次(每 12h 或每批样品至少 1 次)测定。质量浓度变化不应超过±35%,否则应查找原因,重新测定或重新制作相对响应因子。

10.5.2 测定样品

将空白样品和最终分析样品按照 10.3 节所述的程序进行测定,得到二噁英类各监测离子的色谱图。

以上条款原文内容来自 HJ 77.2-2008《环境空气和废气二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》4、6.1.2、7.2 和 10.5 条款。若 HJ 77.2 有修订,HJ 77.2 最新版本(包括所有的修改单)中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中,标注为“HJ 77.2-2008 环境空气和废气二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法”,表明该文件的最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

(3)“烟气中其他污染物的监测要求”的规定参考了 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》9.4 和 9.5 条款的相关要求。GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》9.4 和 9.5 条款原文如下:

9.4 生活垃圾焚烧厂运行企业对烟气中重金属类污染物和焚烧炉渣热灼减率的监测应每月至少开展 1 次;对烟气中二噁英类的监测应每年至少开展 1 次,其采样要求按 HJ77.2 的有关规定执行,其浓度为连续 3 次测定值的算术平均值。

对其他大气污染物排放情况监测的频次、采样时间等要求，按有关环境监测管理规定和技术规范的要求执行。

9.5 环境保护行政主管部门应采用随机方式对生活垃圾焚烧厂进行日常监督性监测，对焚烧炉渣热灼减率与烟气中颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、氯化氢、重金属类污染物和一氧化碳的监测应每季度至少开展 1 次，对烟气中二噁英类的监测应每年至少开展 1 次。

以上条款原文内容来自 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》9.4和 9.5 条款。若 GB 18485 有修订，GB 18485 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB 18485 生活垃圾焚烧污染控制标准”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3.8 证明方法及条文说明

3.8.1 HBCD 焚毁去除率的测定。测定含 HBCD 废物中 HBCD 质量分数并计量进料量；在烟气净化设施出口测定烟气的流量和烟气中的 HBCD 浓度，烟气流量采用皮托管依据 GB/T 16157 进行测定。

3.8.2 焚烧炉渣热灼减率：依据 GB 18485 有关要求进行测试。

关于 3.8 的条文说明：

(1) “烟气流量采用皮托管进行测试”的规定参考了 GB/T 16157-1996《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》4.2.1、4.2.4、7.1、7.2、7.3、7.4、7.5 和 7.6.2 条款的相关要求。GB/T 16157-1996《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》4.2.1、4.2.4、7.1、7.2、7.3、7.4、7.5 和 7.6.2 条款原文如下：

4.2.1 采样位置

4.2.1.1 采样位置应优先选择在垂直管段。应避开烟道弯头和断面急剧变化的部位。采样位置应设置在距弯头、阀门、变径管下游方向不小于 6 倍直径，和距上述部件上游方向不小于 3 倍直径处。对矩形烟道，其当量直径 $D=2AB/(A+B)$ ，式中 A、B 为边长。

4.2.1.2 对于气态污染物，由于混合比较均匀，其采样位置可不受上述规定限制，但应避开涡流区。

如果同时测定排气流量，采样位置仍按 4.2.1.1 选取。

4.2.1.3 采样位置应避开对测试人员操作有危险的场所。

4.2.4 采样点位置和数目

4.2.4.1 圆形烟道

a. 将烟道分成适当数量的等面积同心环,各测点选在各环等面积中心线与呈垂直相交的两条直径线的交点上,其中一条直径线应在预期浓度变化最大的平面内,如当测点在弯头后,该直径线应位于弯头所在的平面 A-A 内(图 8)(原文为图 8,此处为图 3.6)。

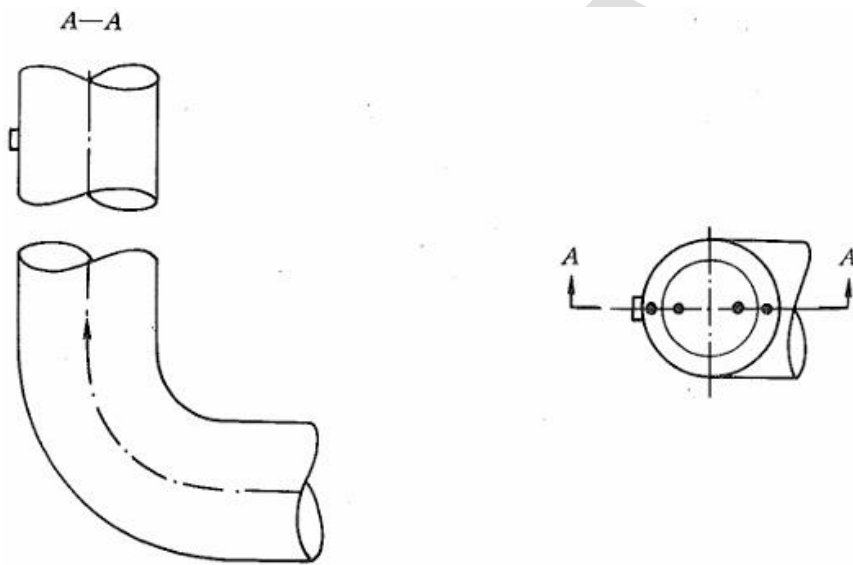


图 3.6 圆形烟道弯头后的测点

b. 对符合 4.2.1.1 要求的烟道，可只选预期浓度变化最大的一条直径线上的测点。

c. 对直径小于 0.3m、流速分布比较均匀、对称并符合 4.2.1.1 要求的小烟道，可取烟道中心作为测点。

d. 不同直径的圆形烟道的等面积环数、测量直径数及测点数见表 1(原文为表 1,此处为表 3.12)，原则上测点不超过 20 个。

表 3.12 圆形烟道分环及测点数的确定

烟道直径	等面积环数	测量直径数	测点数
<0.3	/	/	1
0.3~0.6	1~2	1~2	2~8
0.6~1.0	2~3	1~2	4~12

1.0~2.0	3~4	1~2	6~16
2.0~4.0	4~5	1~2	8~20
>4.0	5	1~2	10~20

e. 测点距烟道内壁的距离见图 9（原文为图 9，此处为图 3.7），按表 2（原文为表 2，此处为表 3.13）确定,当测点距烟道内壁的距离小于 25 mm 时,取 25 mm。

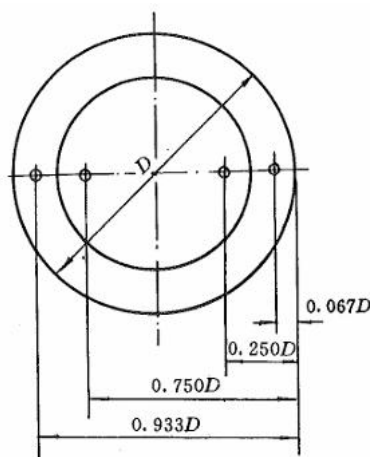


图 3.7 采样点距烟道内壁距离

表 3.13 测点距烟道内壁距离（以烟道直径 D 计）

测点号	环数				
	1	2	3	4	5
1	0.146	0.067	0.044	0.033	0.026
2	0.854	0.250	0.146	0.105	0.082
3	/	0.750	0.296	0.194	0.146
4	/	0.933	0.704	0.323	0.226
5	/	/	0.854	0.677	0.342
6	/	/	0.956	0.806	0.658
7	/	/	/	0.895	0.774
8	/	/	/	0.967	0.854
9	/	/	/	/	0.918
10	/	/	/	/	0.974

4.2.4.2 矩形或方形烟道

a. 将烟道断面分成适当数量的等面积小块,各块中心即为测点。小块的数量按表 3（原文为表 3，此处为表 3.14）的规定选取。原则上测点不超过 20 个。

表 3.14 矩（方）形烟道的分块和测点数

烟道断面面积 (m^2)	等面积小块长边长度 (m)	测点总数
<0.1	<0.32	1
0.1~0.5	<0.35	1~4
0.5~1.0	<0.50	4~6
1.0~4.0	<0.67	6~9
4.0~9.0	<0.75	9~16
>9.0	≤ 1.0	≤ 20

b. 烟道断面面积小于 0.1 m^2 ，流速分布比较均匀、对称并符合 4.2.1.1 要求的，可取断面中心作为测点。

4.2.4.3 当烟道布置不能满足 4.2.1.1 要求时，应增加采样线和测点。

7.1 测量位置及测点

按照 4.2.1 和 4.2.4 的要求选定。

7.2 原理

排气的流速与其动压平方根成正比，根据测得某测点处的动压、静压以及温度等参数，由式(10)计算出排气流速。

7.3 测量装置及仪器

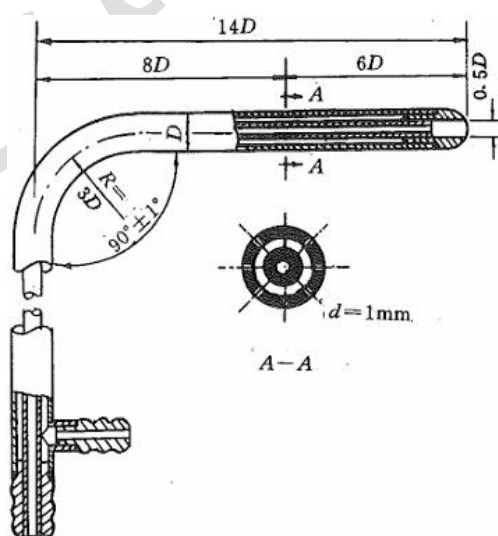


图 3.8 标准型皮托管

a.标准型皮托管。标准型皮托管的构造如图 16（原文为图 16，此处为图 3.8）

所示。它是一个弯成 90° 的双层同心圆管，前端呈半圆形，正前方有一开孔，与内管相通，用来测定全压。在距前端 6 倍直径处外管壁上开有一圈孔径为 1 mm 的小孔，通至后端的侧出口，用于测定排气静压。

按照上述尺寸制作的皮托管其修正系数为 0.99 ± 0.01 ，如果未经标定，使用时可取修正系数 K_p 为 0.99。

标准型皮托管的测孔很小，当烟道内颗粒物浓度大时，易被堵塞。它适用于测量较清洁的排气。

b.S 型皮托管。S 型皮托管的结构见图 17（原文为图 17，此处为图 3.9）。它是由两根相同的金属管并联组成。测量端有方向相反的两个开口，测定时，面向气流的开口测得的压力为全压，背向气流的开口测得的压力小于静压。按照图 17（原文为图 17，此处为图 3.9）设计要求制作的 S 型皮托管，其修正系数 K_p 为 0.84 ± 0.01 。制作尺寸与上述要求有差别的 S 型皮托管的修正系数需进行校正。其正、反方向的修正系数相差应不大于 0.01。S 型皮托管的测压孔开口较大，不易被颗粒物堵塞，且便于在厚壁烟道中使用。

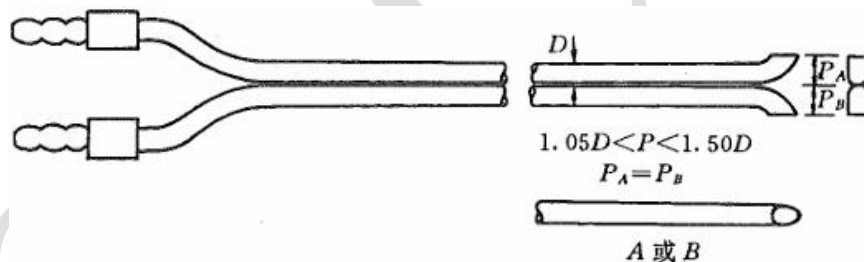


图 3.9 S 型皮托管

c. 斜管微压计。斜管微压计用于测定排气的动压，其精确度应不低于 2%，最小分度值应不大于 2 Pa。

d. U 型压力计。U 型压力计用于测定排气的全压和静压，其最小分度值应不大于 10 Pa。

e. 大气压力计。最小分度值应不大于 0.1 kPa。

7.4 准备工作

7.4.1 将微压计调整至水平位置。

7.4.2 检查微压计液柱中是否有气泡。

7.4.3 检查微压计是否漏气。向微压计的正压端(或负压端)入口吹气(或吸气)，迅速封闭该入口，如微压计的液柱位置不变，则表明该通路不漏气。

7.4.4 检查皮托管是否漏气。

用橡皮管将全压管的出口与微压计的正压端连接，静压管的出口与微压计的负压端连接。由全压管测孔吹气后，迅速堵严该测孔，如微压计的液柱位置不变，则表明全压管不漏气；此时再将静压测孔用橡皮管或胶布密封，然后打开全压测孔，此时微压计液柱将跌落至某一位置，如液面不继续跌落则表明静压管不漏气。

7.5 测量步骤

7.5.1 测量气流的动压(图 18)（原文为图 18，此处为图 3.10）

a. 将微压计的液面调整到零点。

b. 在皮托管上标出各测点应插入采样孔的位置。

c. 将皮托管插入采样孔。使用 S 型皮托管时，应使开孔平面垂直于测量断面插入。如断面上无涡流，微压计读数应在零点左右。使用标准皮托管时，在插入烟道前，切断皮托管和微压计的通路，以避免微压计中的酒精被吸入到连接管中，使压力测量产生错误。

d. 在各测点上，使皮托管的全压测孔正对着气流方向，其偏差不得超过 10° ，测出各点的动压，分别记录在表中。重复测定一次，取平均值。

e. 测定完毕后，检查微压计的液面是否回到原点。

7.5.2 测量排气的静压（图 18）（原文为图 18，此处为图 3.10）

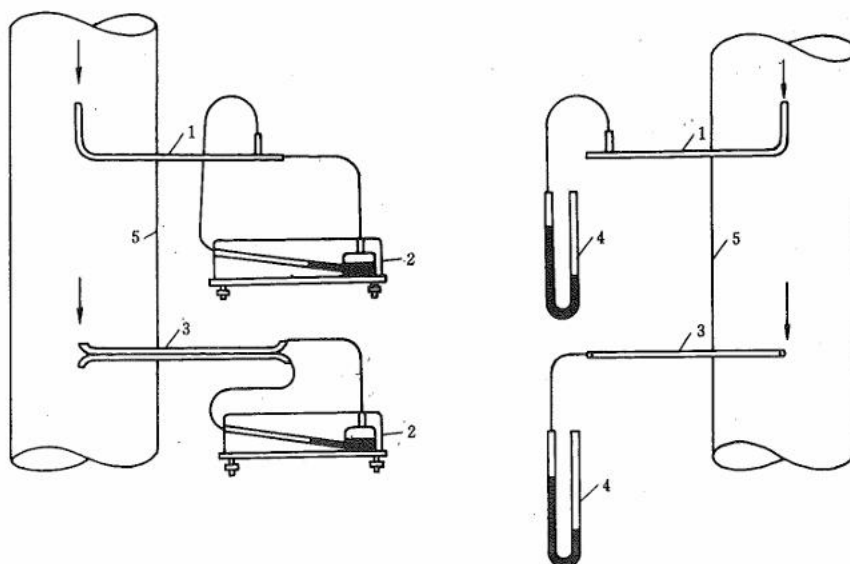


图 3.10 动压及静压的测定装置

1. 标准皮托管 2. 斜管微压计 3. S 型皮托管 4. U 型压力计 5. 烟道

a. 将皮托管插入烟道近中心处的一个测点。

b. 使用 S 型皮托管测量时只用其一路测压管。其出口端用胶管与 U 型压力计一端相连, 将 S 型皮托管插入到烟道近中心处, 使其测量端开口平面平行于气流方向, 所测得的压力即为静压。

c. 使用标准型皮托管时, 用胶管将其静压管出口端与 U 型压力计一端相连, 将皮托管伸入到烟道近中心处, 使其全压测孔正对气流方向, 所测得的压力即为静压; 7.5.3 测量排气的温度

7.5.4 测量大气压力

a. 使用大气压力计直接测出。

b. 也可以根据当地气象站给出的数值, 加或减因测点与气象站标高不同所需的修正值。即标高每增加 10 m, 大气压力约减小 110 Pa。

7.6.2 排气流量的计算

7.6.2.1 工况下的湿排气流量 Q 按式(3) (原文为式 16, 此处为式 3) 计算:

$$Q_s = 3600 \cdot F \cdot \bar{V}_s \quad (3)$$

式中: Q_s ——工况下湿排气流量, m^3/h ;

F ——测定断面面积, m^2 ;

$\bar{V}_s$ ——测定断面的湿排气平均流速, m/s 。

7.6.2.2 标准状态下干排气流量 Q 按式(4) (原文为式 17, 此处为式 4) 计算:

$$Q_{sn} = Q_s \cdot \frac{B_a + P_s}{101300} \cdot \frac{273}{273 + t_s} (1 - X_{sw}) \quad (4)$$

式中: Q_{sn} ——标准状态下干排气流量, m^3/h ;

B_a ——大气压力, Pa;

P_s ——排气静压, Pa;

t_s ——排气温度, $^{\circ}\text{C}$;

X_{sw} ——排气中水分含量体积百分数, %。

7.6.2.3 常温常压条件下, 通风管道中的空气流量按式(5) (原文为式 18, 此处为式 6.3) 计算:

$$Q_a = 3600 \cdot F \cdot \bar{V}_a \quad (5)$$

式中： Q_a ——工况下湿排气流量， m^3/h 。

以上条款原文内容来自 GB/T 16157-1996《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》4.2.1、4.2.4、7.1、7.2、7.3、7.4、7.5 和 7.6.2 条款。若 GB/T 16157 有修订，GB/T 16157 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB/T 16157-1996 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

（2）“焚烧炉渣热灼减率的测定”的规定参考了 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》3.7 条款的相关要求。GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》3.7 条款原文如下：

3.7 热灼减率 loss on ignition

焚烧炉渣经灼烧减少的质量占原焚烧炉渣质量的百分数。其计算方法如下：

$$P = (A - B) / A \times 100\%$$

式中：P—热灼减率，%；

A—焚烧炉渣经 110℃干燥 2 h 后冷却至室温的质量，g，

B—焚烧炉渣经 600℃(±25℃)灼烧 3 小时后冷却至室温的质量，g。

以上条款原文内容来自 GB 18485-2014《生活垃圾焚烧污染控制标准》3.7 条款。若 GB 18485 有修订，GB 18485 最新版本（包括所有的修改单）中相关内容适用于本文件。在规范性引用文件中，标注为“GB 18485-2014 生活垃圾焚烧污染控制标准”，表明该文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

四、标准架构

本标准架构主要包括：

范围、规范性引用文件、术语和定义、总体要求、污染物与污染负荷、含 HBCD 废物协同热处置工程工艺设计、检测和过程控制、环境保护要求。架构设计遵循“基础规范—技术要求—过程控制—环保保障”的逻辑主线，具体内容如下：

4.1 范围

明确标准的适用范围，包括生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物的工艺过程、污染控制及环境管理要求，并说明其适用范围。

4.2 规范性引用文件

列出本标准直接引用的国家标准、行业标准等规范性文件，构成技术支撑依据。

4.3 术语和定义

对含 HBCD 废物协同热处置工艺中的关键术语进行界定，确保概念统一。

4.4 协同处理要求

规定用于协同处理含 HBCD 废物的生活垃圾焚烧炉及其性能要求，以及其选址要求。明确含 HBCD 废物中 HBCD 含量的适用范围，即当含量 $<30000\text{mg/kg}$ 时，按照本文件规定执行，含量 $\geq 30000\text{mg/kg}$ 时不适用本文件。

4.5 含 HBCD 废物的检测分析

要求生活垃圾焚烧企业在接收含 HBCD 废物前进行分析，了解其生产工艺过程、种类及物理化学特性，并按照标准进行采样，记录详细采样信息。检测方法给出不同种类含 HBCD 废物中 HBCD 含量检测的参照方法标准，如建筑保温材料参照 GB/T 41077，塑料及制品参照 SN/T 3018 等。

4.6 含 HBCD 废物的储存与预处理

详细说明生活垃圾焚烧厂应设置含 HBCD 废物储存区，要求生活垃圾焚烧厂设置具备破碎、混合搅拌、分选和筛分等功能的预处理系统。并满足相应标准中的要求。

4.7 运行技术要求

生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，焚烧处置工艺系统应包括进料系统、焚烧系统、余热利用系统、烟气净化系统、灰渣处理系统、污水处理系统、臭气处理系统以及配套设施等。焚烧炉运行时需保证炉膛主控温度区焚烧温度 $\geq 850^{\circ}\text{C}$ ，炉膛内烟气停留时间 ≥ 2 秒，且其他技术性能指标满足 GB 18485 要求。含 HBCD 废物进料应均匀连续，不影响生活垃圾焚烧过程污染物排放。此外，在生活垃圾焚烧炉达到正常生产工况并稳定运行至少 3 天后，方可投加含 HBCD 废物；在特定情况下停炉前至少 3 天内禁止投加含 HBCD 废物，非正常工况下禁止投加含 HBCD 废物。

4.8 污染控制要求

生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，烟气处理系统需具备除尘、脱硫、脱硝、脱酸、去除二噁英及重金属类污染物的功能，且污染控制设施及排放限值要满足 GB 18485 相关规定。焚烧处置含 HBCD 废物时，HBCD 的焚毁去除率应 $\geq 99.9999\%$ 。同时，烟气中溴化氢的排放限值为 5mg/m^3 ，溴代二噁英的排放限值为 0.1ng TEQ/m^3 。

4.9 监测要求

生活垃圾焚烧炉协同处置含 HBCD 废物时，废气监测应在含 HBCD 废物稳

定投加至少 4 小时后进行。其中,烟气中溴化氢的监测每半年至少开展 1 次,溴代二噁英类的监测每年至少开展 1 次,而其他污染物的监测则按照 GB 18485 中的规定执行。

五、主要验证分析和预期经济效果

生活垃圾焚烧炉协同处理废弃物能够以现有的焚烧设备为基础,设备投资小。并且生活垃圾焚烧炉具有热容大、工况稳定的特点,不仅处理规模大,而且焚烧炉内的高温环境有利于有机有害物质的焚毁。生活垃圾焚烧设施一般配有完善的烟气处理设施,可避免废弃物燃烧后重金属,二噁英等污染物的超标排放。

在严格遵守固体废物运行操作技术要求的前提下,基于芜湖绿洲环保能源有限公司 750 t/d 生活垃圾焚烧设施处置了 15 吨以上含 HBCD 废物。除了 HBCD 之外,还对 PCDD/Fs、PBDD/Fs、PBDEs 三个广受关注的持久性有机污染物的排放水平进行了全面检测与分析,检测了多个同类物,分析它们的沿程变化。实验数据显示,生活垃圾焚烧协同处置含 HBCD 废物的焚毁效果较好,HBCD 销毁率均达到 99.999%以上,焚毁去除率 99.9999%以上。随着生活垃圾焚烧过程中含 HBCD 废物掺烧比例从 0 到 1%、2%,烟囱出口烟气中 HBCD 总质量浓度从 0.0993 增加至 1.818 ng/Nm³和 4.003 ng/Nm³。含 HBCD 废物的添加对 PCDD/Fs、PBDD/Fs 和 PBDEs 的影响较小,PCDD/Fs 的烟气排放 0.05-0.12 ng/Nm³ 范围内,PBDD/Fs 的烟气排放 0.3-1.6 ng/Nm³,PBDEs 的烟气排放 27-34 ng/Nm³。

以上结果表明,生活垃圾焚烧协同处置含 HBCD 废物能够实现 99.9999%以上的焚毁去除效果,满足含 HBCD 废物处置技术规范通则《T/ZGZS 0310-2023》的要求,同时其他污染物均达到排放要求,可以证实生活垃圾焚烧协同处理含 HBCD 废物是一条切实可行并易于推广的技术路线。

六、采用国内外标准的程度及水平的简要说明

本标准的制定充分参考了《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》、《中华人民共和国履行〈关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约〉的国家实施计划》、国务院《新污染物治理行动方案》、《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014)、《含 HBCD 废物处置技术规范通则》(T/ZGZS 0310-2023)等国家标准。在污染物排放控制指标上,严格遵循上述国家标准要求,同时针对含 HBCD 废物焚烧过程中可能产生的二噁英、多溴联苯醚等特征污染物,在现有国家标准基础上,进一步细化排放限值与监测要求,提高控制标准的针对性。

七、重大分歧意见的解决过程、依据和结果

在文件的编制过程中,广泛征求了行业相关单位和业内专家的意见和建议,主要针对文件规定中各项技术指标的要求范围做了深入研讨,各家单位和行业专家结合自身的工作经验和实验验证提出了作为数据支撑的有力依据,最终对文件

要求达成一致。编制过程中对文件的主要内容并未产生重大意见分歧。

八、贯彻中循协标准的要求和措施建议

标准的形成和设立具有一定的前瞻性,由于 HBCD 作为阻燃剂,在 EPS/XPS 行业有着广泛的应用。预计到 2035 年,中国每年将产生超过一万吨的含 HBCD 建筑垃圾,未来将增加到超过 50 万吨/年,需要对这些垃圾进行妥善管理,保护生态环境。

建议在本文件正式出台后,各生活垃圾焚烧厂协同处理厂家、科研单位、检测机构以及地方管理部门能够依据本文件中的相关规定对生活垃圾协同处置含 HBCD 废物进行统一的评价和管理。具体实施措施建议如下:

(1) 加大文件宣传力度,提高认知度,建立信息公共平台,将有参考价值的案例和经验等在行业内部公开发布,使废物收集及协同处理单位能够积极主动地参加培训,了解含 HBCD 废物产生的实际情况,结合本单位实际情况学习研究文件并准备贯彻实施文件。

(2) 文件归口单位进行贯标指导,组织文件宣贯培训班,由文件制定人员主讲。设立专门的答疑或咨询部门或网站,为贯标企业排忧解难,组织有关人员积极参加行业协会组织的各项活动,培训班等。及时了解文件制定、修订信息。

(3) 鼓励相关协同处理企业成立文件贯彻实施小组,由废物管理技术人员、工艺主管人员、检验人员、车间技术人员等工作人员组成,进行明确的分工合作,适时组织文件宣贯会,使有关人员拥有文件、了解文件、熟悉文件,执行文件,均按照规范要求相应工作。

(4) 参加制定规范的技术人员全面负责贯标实施工作,对贯标中出现的的技术问题进行协调处理做好贯标记录,并进行长期监督检查工作。

九、标准发行范围和数量的建议

9.1 标准发行建议

本团体标准应选择具有相关标准出版经验与资质的出版单位进行合作。根据相关规定,行业标准通常由国务院有关行政主管部门根据出版管理的有关规定确定出版单位安排出版。本标准聚焦生活垃圾焚烧协同处置含 HBCD 废物领域,建议选择在环保、固废处理等相关专业领域有丰富出版经验的出版社,以保障标准内容能够准确、清晰地呈现给读者。同时,出版单位需严格遵守相关法规,确保出版流程合法合规。

9.2 标准数量建议

在确定标准印数前,应开展全面的需求调研。对国内涉及生活垃圾焚烧的企业数量进行统计,包括大型国有垃圾焚烧企业、民营垃圾焚烧企业等。同时,考

考虑环保监管部门、科研院校中从事相关研究与教学的人员数量，以及可能涉及含HBCD废物处理的相关行业企业数量。

除了满足当前已知的需求外，建议预留一定比例的数量作为储备，以应对未来市场的不确定性，解决各方面对标准的潜在需求。

十、其它应予说明的事项

（1）本标准发布实施后，建议相关行业主管部门、行业协会组织开展多形式的宣贯培训活动，确保标准内容得到准确理解与执行。

（2）受当前技术发展水平、研究深度以及实际应用场景复杂性的限制，本标准在某些方面可能存在一定局限性。

（3）为保证本标准的科学性、适用性和有效性，建立动态更新机制。标准发布实施后，每3-5年组织一次全面复审，根据行业技术发展、政策法规变化以及标准实施过程中反馈的问题，及时对标准内容进行修订。

（4）本标准的内容包含标准编制工作组技术研究成果与实践经验总结，涉及多项知识产权。未经标准发布机构授权，任何单位和个人不得擅自复制、修改、传播本标准内容用于商业目的。标准使用方在引用本标准相关内容时，应注明标准的名称、编号及发布日期，以维护标准的知识产权权益。