

# 某企业乙酰舒泛钾生产线副产物七水硫酸镁危险特性鉴别实例分析及研究

王京敏, 马保民, 朱凤亮

山东省产品质量检验研究院, 山东 济南

收稿日期: 2023年7月10日; 录用日期: 2023年8月11日; 发布日期: 2023年8月22日

## 摘 要

某企业采用双乙烯酮、氨基磺酸、三乙胺、三氧化硫、乙酸、氢氧化钾等原料, 经合成、酰化反应、环合反应、水解反应、中和反应等生成乙酰舒泛钾, 生产中产生副产物七水硫酸镁。根据其原辅材料及生产工艺, 结合检测结果对副产物七水硫酸镁进行危险特性鉴别, 得出鉴别结论, 为副产物七水硫酸镁的科学合理的资源化利用或处置及生态环境主管部门的环境管理提供技术依据, 为类似固体废物的危险特性鉴别工作提供参考。

## 关键词

乙酰舒泛钾, 副产物七水硫酸镁, 危险特性鉴别

## Analysis and Study on the Hazardous Characteristics Identification of Magnesium Sulfate Heptahydrate, a Byproduct of Acesulfame Potassium Production Line in a Certain Enterprise

Jingmin Wang, Baomin Ma, Fengliang Zhu

Shandong Institute for Product Quality Inspection, Jinan Shandong

Received: Jul. 10<sup>th</sup>, 2023; accepted: Aug. 11<sup>th</sup>, 2023; published: Aug. 22<sup>nd</sup>, 2023

文章引用: 王京敏, 马保民, 朱凤亮. 某企业乙酰舒泛钾生产线副产物七水硫酸镁危险特性鉴别实例分析及研究[J]. 环境保护前沿, 2023, 13(4): 1006-1013. DOI: 10.12677/aep.2023.134122

## Abstract

An enterprise uses raw materials such as diketene, Sulfamic acid, triethylamine, Sulfur trioxide, acetic acid, potassium hydroxide, etc., through synthesis, Acylation, cyclization reaction, hydrolysis reaction, neutralization reaction, etc., to generate Acesulfame potassium, and the by-product magnesium sulfate heptahydrate is produced in the production. Based on its raw and auxiliary materials and production process, combined with the detection results, the hazardous characteristics of the byproduct magnesium sulfate heptahydrate are identified, and identification conclusions are drawn. This provides technical basis for the scientific and reasonable resource utilization or disposal of the byproduct magnesium sulfate heptahydrate, as well as environmental management by the ecological environment regulatory department, and provides a reference for the hazardous characteristics identification of similar solid waste.

## Keywords

Acesulfame Potassium, Byproduct Magnesium Sulfate Heptahydrate, Identification of Hazardous Characteristics

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

某企业有一条乙酰舒泛钾生产线，主要采用双乙烯酮、氨基磺酸、三乙胺、三氧化硫、乙酸、氢氧化钾等原料，经合成、酰化反应、环合反应、水解反应、中和反应等生成乙酰舒泛钾。水解反应后反应液进入萃取工序，经过萃取工序，含产品乙酰舒泛钾的有机相经水洗工序、AK糖结晶精制工序等生产产品乙酰舒泛钾。含三乙胺盐、废硫酸的酸相经三乙胺回收工段和硫酸镁结晶工段，回收三乙胺、二氯甲烷返回乙酰舒泛钾生产工艺，同时产生副产物七水硫酸镁。副产物七水硫酸镁属于固体废物，然而是不是危险废物尚不清楚，需要通过危险废物鉴别判定固体废物的危险特性[1]，以对危险废物进行科学合理的处置，避免危险废物不合理的处置对人体、生态环境带来严重危害[2]。已有研究表示化工企业副产盐的危险废物鉴别应针对废物来源、原辅材料成分及生产工艺进行具体分析[3]，也有关于氯化钠废盐危险特性鉴别的研究[4]，但是具体到乙酰舒泛钾生产线产生的副产物七水硫酸镁的危险特性鉴别尚未找到相关文献，为了明确该企业副产物七水硫酸镁的属性和类别，需开展危险特性鉴别工作，为七水硫酸镁科学合理处置及生态环境主管部门的环境管理提供技术依据，同时也为其它种类副产盐的危险特性鉴别工作提供参考。

## 2. 乙酰舒泛钾生产工艺

### 1) 合成、酰化反应

双乙烯酮和氨基磺酸在三乙胺催化剂的作用下反应生成乙酰乙酰氨基磺酸三乙胺盐。首先氨基磺酸与三乙胺在冰醋酸催化剂作用下合成氨基磺酸三乙胺盐，双乙烯酮再与氨基磺酸三乙胺盐合成乙酰乙酰氨基磺酸三乙胺盐。

氨基磺酸溶液自溶料釜转入合成釜。合成釜(温度 10℃~15℃, 常压)夹套接入浅冷循环水, 釜温降至 15℃以下时, 均匀滴加三乙胺。三乙胺滴加结束后, 釜温调节至常温, 自然反应 8 h。然后均匀滴加催化剂冰醋酸, 冰醋酸滴加结束后, 釜温调节至常温, 再自然反应 9 h, 反应合成物即为氨基磺酸三乙胺盐。氨基磺酸三乙胺盐溶液自合成釜转入酰化釜(常压), 通过酰化循环泵及釜外板式换热器将酰化釜物料温度降至 10℃, 开始均匀滴加双乙烯酮, 持续滴加 2.5 h, 滴加结束后自然反应 8 h, 再将物料转入保温釜, 反应结束即得乙酰乙酰氨基磺酸三乙胺。

#### 2) 环合反应

乙酰乙酰氨基磺酸三乙胺盐与三氧化硫脱水环合生成 6-甲基-2,2-二氧化-1,2,3-氧硫氮杂-4-环乙酮的三氧化硫加合物和硫酸三乙胺盐。首先将二氯甲烷打入三氧化硫配制釜中, 启动搅拌, 再将液态三氧化硫泵入配制釜中, 搅拌 1.5 h, 配制成 20%~35%的三氧化硫溶液。开车时首先启动环合釜循环泵, 将釜内物料(环合釜中预留 2500 L 二氯甲烷做底料)经板式换热器与深冷盐水换热降温至-30℃, 然后自中间体计量槽来的双乙酰氨基磺酸三乙胺盐溶液与自三氧化硫计量罐来的三氧化硫溶液通过喷射泵雾化, 形成巨大的表面积, 物料充分接触, 瞬间进行环合反应, 反应物被低温循环物料急冷降温, 环合液由环合釜转入环合液釜供水解用。

#### 3) 水解反应

6-甲基-2,2-二氧化-1,2,3-氧硫氮杂-4-环乙酮的三氧化硫加合物经水解去除三氧化硫, 得到 6-甲基-2,2-二氧化-1,2,3-氧硫氮杂-4-环乙酮和稀硫酸。自水洗后酸水槽来的酸水经进料阀加入水解反应釜, 酸水通过水解循环泵与水解冷凝器换热至-20℃以下, 再与来自环合液计量槽的环合反应液通过喷射泵雾化, 物料充分接触, 瞬间进行水解反应。

#### 4) 中和反应

由于 6-甲基-2,2-二氧化-1,2,3-氧硫氮杂-4-环乙酮在氮原子上有酸式氢, 能与氢氧化钾进行中和反应生成 6-甲基-2,2-二氧化-1,2,3-氧硫氮杂-4-环乙酮钾盐(乙酰舒泛钾)。来自水洗后有机相槽的有机相和来自中和水洗后水槽的水相与 4.4%氢氧化钾溶液按比例均匀打入管式中和反应器, 再进入中和分离器, 分离器上层水相进入中和分离糖水槽, 去糖水浓缩工段, 提纯乙酰舒泛钾; 下层有机相进入中和分离二氯甲烷受槽, 再与来自中和后水洗中间水槽的水相均匀打入中和后水洗混合器, 然后进入中和后水洗分离器。中和后水洗分离器上层分离出的水相进入中和水洗后水槽, 去管式中和反应器; 下层有机相进入中和后水洗中间二氯甲烷受槽。

副产物七水硫酸镁的产生环节为: 水解反应中反应体系产生了反应副产物硫酸, 经过萃取工序, 工艺上分为有机相和酸相两部分, 含产品乙酰舒泛钾的有机相经水洗工序、AK 糖结晶精制工序等生产产品乙酰舒泛钾, 而含有副产物硫酸及硫酸三乙胺盐等的酸相去三乙胺回收工段回收反应原料三乙胺及二氯甲烷返回乙酰舒泛钾生产工艺, 同时产生副产物七水硫酸镁。

### 3. 副产物七水硫酸镁固废属性判定及危险废物属性初筛

首先, 需进行副产物七水硫酸镁的固体废物属性判定。根据《固体废物鉴别标准通则》(GB 34330-2017), 副产物七水硫酸镁符合 4.2 项“生产过程中产生的副产物, 包括以下种类: m)其他生产过程中产生的副产物。”同时, 副产物七水硫酸镁不属于“6 不作为固体废物管理的物质”。因此, 副产物七水硫酸镁属于固体废物。

其次, 需根据《国家危险废物名录(2021 版)》对副产物七水硫酸镁进行危险废物属性初筛。产品乙酰舒泛钾为非营养型甜味剂, 可广泛用于各种食品。按我国《食品安全国家标准食品添加剂使用标准》(GB 2760-2014)规定, 乙酰舒泛钾可用于风味发酵乳、冷冻饮品、果酱、蜜饯类、腌渍的蔬菜、糖果、调

调味品、酱油、饮料类等食品中。另外，乙酰舒泛钾也可作为甜味剂部分应用于化妆品、维生素和药物制剂、牙膏中。根据《国民经济行业分类》(GB/T 4754-2011)中的行业代码，乙酰舒泛钾项目行业代码为C1495食品及饲料添加剂制造,因此产生的废物代码的第1~3位代码为149。根据《国家危险废物名录(2016版)》，HW02医药废物中第1~3位代码为271、272、275、276，没有149相关的危险废物，因此副产物七水硫酸镁不属于HW02医药废物。另外，《国家危险废物名录(2016版)》中其它种类废物中也没有与副产物七水硫酸镁相匹配的。

#### 4. 副产物七水硫酸镁危险特性初步判别

副产物七水硫酸镁危险特性初步判别包括危险特性理论分析及辅助检测分析2个环节。

##### 4.1. 危险特性理论分析

与乙酰舒泛钾生产相关的原辅材料主要有：乙酸、磷酸氢二铵、三乙胺、二氯甲烷、氨基磺酸、三氧化硫、固体氢氧化钾、48%的氢氧化钾溶液、氧化镁、浓硫酸、醋酸丁酯，具体原辅材料分析如下。

###### 1) 乙酸

乙酸是双乙烯酮生产的主要反应原料，也在乙酰舒泛钾生产中作为催化剂使用，乙酸的质量分数 $\geq 98.5\%$ ，甲酸的质量分数 $\leq 0.30\%$ ，乙醛的质量分数 $\leq 0.10\%$ ，铁的质量分数(以Fe计) $\leq 0.0004\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ ，蒸发残渣的质量分数 $\leq 0.03\%$ 。乙酸为一元弱羧酸，呈酸性。杂质成分中甲酸为一元羧酸，呈酸性；乙醛属于《危险废物鉴别标准毒性物质含量鉴别》(GB 5085.6-2007)附录B有毒物质名录；铅、砷可能涉及GB 5085.3-2007浸出毒性及GB 5085.6-2007毒性物质含量鉴别。综上所述，乙酸可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的因子有pH、乙醛、铅、砷。

###### 2) 磷酸氢二铵

磷酸氢二铵是生产双乙烯酮的催化剂，根据行业标准《工业磷酸氢二铵》(HG/T 4132-2010)，主含量以磷酸氢二铵计的质量分数 $\geq 95.0\%$ ，水分 $\leq 5.0\%$ ，氟化物(以F计)的质量分数 $\leq 0.01\%$ 。杂质成分中氟化物可能涉及GB 5085.3-2007浸出毒性中无机氟化物及GB 5085.6-2007毒性物质含量鉴别中的含氟毒性物质。综上所述，磷酸氢二铵可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的因子有无机氟化物、氟。

###### 3) 醋酸丁酯

醋酸丁酯是双乙烯酮生产工艺中稀醋酸回收工段配置种子液的原料，醋酸丁酯的质量分数 $\geq 99.5\%$ ，正丁醇的质量分数 $\leq 0.2\%$ ，水的质量分数 $\leq 0.05\%$ ，酸的质量分数 $\leq 0.010\%$ 。杂质成分中正丁醇可能涉及GB 5085.6-2007毒性物质含量鉴别，因此醋酸丁酯可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有正丁醇。

###### 4) 三乙胺

三乙胺是生产乙酰舒泛钾的反应原料，三乙胺的质量分数 $\geq 99.2\%$ ，水的质量分数 $\leq 0.2\%$ ，一乙胺的质量分数 $\leq 0.1\%$ ，二乙胺的质量分数 $\leq 0.2\%$ ，乙醇的质量分数 $\leq 0.2\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。铅、砷可能涉及GB 5085.3-2007浸出毒性及GB 5085.6-2007毒性物质含量鉴别。综上所述，三乙胺可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有急性毒性、铅、砷。

###### 5) 二氯甲烷

二氯甲烷是生产乙酰舒泛钾的溶剂和萃取剂，纯度 $\geq 99.20\%$ ，水分 $\leq 0.030\%$ ，酸度(以HCl计) $\leq 0.0008\%$ ，色度(Pt-Co) $\leq 10$ 号，蒸发残渣 $\leq 0.0010\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。工业一般通过甲烷的氯化来合成二氯甲烷[5]，甲烷氯化得到主要包括一氯甲烷、二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳在内的混

合物，然后由于各自沸点距离比较大，通过分馏技术来分离提纯二氯甲烷。其中二氯甲烷涉及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别，且属于本项目的主要溶剂及萃取剂，三氯甲烷、四氯化碳涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性。杂质成分中铅、砷可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别。综上所述，二氯甲烷可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳、铅、砷。

#### 6) 氨基磺酸

氨基磺酸是生产乙酰舒泛钾主要反应原料，氨基磺酸含量 $\geq 99.5\%$ ，硫酸盐 $\leq 0.05\%$ ，干燥失重 $\leq 0.1\%$ ，水不溶物 $\leq 0.02\%$ ，铁含量 $\leq 0.005\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。氨基磺酸是一种固体强酸，水溶液具有强酸性。杂质成分中铅、砷可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别，S 元素的微量存在可能涉及 GB 5085.5-2007 中遇酸反应性。综上所述，氨基磺酸可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有 pH、铅、砷、硫离子。

#### 7) 三氧化硫

三氧化硫是生产乙酰舒泛钾的反应原料，液体三氧化硫含量 $\geq 99.5\%$ ，二氧化硫含量 $\leq 0.40\%$ ，灰分 $\leq 0.40\%$ ，铁含量 $\leq 0.030\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。三氧化硫是一种酸性氧化物，常压和室温下为无色液体，沸点  $44.8^{\circ}\text{C}$ ，S 元素的存在可能涉及 GB 5085.5-2007 中遇酸反应性。杂质成分中铅、砷可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别。综上所述，三氧化硫可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有 pH、急性毒性、铅、砷、硫离子。

#### 8) 氢氧化钾固体

氢氧化钾固体是生产乙酰舒泛钾的反应原料，氢氧化钾(KOH)含量 $\geq 95.0\%$ ，碳酸钾含量 $\leq 1.0\%$ ，氯化物含量 $\leq 0.01\%$ ，铁(Fe)含量 $\leq 0.001\%$ ，硫酸盐含量 $\leq 0.05\%$ ，硝酸盐及亚硝酸盐(以 N 计)含量 $\leq 0.001\%$ ，钠(Na)含量 $\leq 1.0\%$ ，氯酸钾含量 $\leq 0.1\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。氢氧化钾具有强碱性，杂质成分中铅、砷可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别，S 元素的微量存在可能涉及 GB 5085.5-2007 中遇酸反应性。综上所述，氢氧化钾固体可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有急性毒性、pH、铅、砷、硫离子。

#### 9) 48%氢氧化钾溶液

48%氢氧化钾溶液是生产乙酰舒泛钾的反应原料，氢氧化钾(KOH)含量 $\geq 48.0\%$ ，碳酸钾含量 $\leq 1.2\%$ ，氯化物含量(以 Cl 计) $\leq 0.5\%$ ，钠(Na)含量 $\leq 1.5\%$ ，铅 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，砷 $\leq 3\text{ mg/kg}$ ，重金属 $\leq 5\text{ mg/kg}$ 。氢氧化钾具有强碱性，杂质成分中铅、砷可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别。综上所述，48%氢氧化钾溶液可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有 pH、铅、砷。

#### 10) 氧化镁

氧化镁是乙酰舒泛钾工艺中三乙胺回收工段及七水硫酸镁副产物生产过程的主要原料，是碱土金属氧化物，氧化镁的产生通常以菱镁矿、蛇纹岩、白云石、水镁石、海水、地下卤水或盐湖卤水为原料[6]，原料白云石可能引入杂质锌元素，工业氧化镁中杂质元素还有钙、铁、锰[7]。氧化镁可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有 pH、锌、锰。

#### 11) 浓硫酸

浓硫酸是乙酰舒泛钾工艺中七水硫酸镁副产物生产过程的原料，硫酸含量  $93.0\% \sim 94.0\%$ 。浓硫酸是强酸，工业硫酸中还含有砷、硒、汞、铁等金属杂质元素，砷、硒、汞可能涉及 GB 5085.3-2007 浸出毒

性及 GB 5085.6-2007 毒性物质含量鉴别。因此浓硫酸可能带入的有害物质中涉及《危险废物鉴别标准》(GB 5085.1-7)的检测因子有 pH、砷、硒、汞。

同时, 由于本项目反应体系为有机体系, 因此增加石油溶剂作为检测因子。

综上所述, 原辅材料引入的特征污染因子包括: pH、浸出毒性(无机氟化物、三氯甲烷、四氯化碳、汞、铅、锌、砷、硒)、硫离子、二氯甲烷、乙醛、石油溶剂、汞、铅、锰、锌、砷、硒、氟、正丁醇。

## 4.2. 危险特性初步判别

为了对理论分析进行佐证和补充, 采集初筛样品并开展检测, 下面将结合理论分析与初筛样品检测结果对各危险特性进行初步判别。

### 1) 易燃性初步鉴别

副产物七水硫酸镁的主要成分为  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ , 含量大于 99%, 另外还含有部分从生产过程带来的杂质成分。七水硫酸镁受热分解, 约 70℃、80℃时失去四分子的结晶水, 约 200℃失去所有的结晶水成无水硫酸镁, 无水硫酸镁熔点为 1124℃。因此副产物七水硫酸镁在标准温度和压力下(25℃, 101.3 kPa)下性质稳定, 不可能因摩擦或自发性燃烧而起火, 也不能点燃, 不属于具有易燃性的危险废物。

### 2) 反应性初步鉴别

副产物七水硫酸镁的主要成分为  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ , 含量大于 99%, 含 7 个结晶水, 受热时失去结晶水成为无水硫酸镁, 无水硫酸镁熔点较高, 为 1124℃, 不具有爆炸特性。副产物七水硫酸镁本身来源于其水溶液, 所以副产物七水硫酸镁不具有遇水反应性。原料成分中不含有氰化物, 因而副产物七水硫酸镁在酸性条件下不会产生氰化氢气体。硫化物遇酸反应性分析方面对副产物七水硫酸镁的预采样样品对硫离子进行了检测, 均未检出, 说明硫离子在副产物七水硫酸镁中的含量很低, 不会导致副产物七水硫酸镁具有遇酸反应性。综上所述, 副产物七水硫酸镁不具有反应性危险特性。

### 3) 腐蚀性初步鉴别

由于硫酸为项目的主要反应副产物, 氧化镁及原料浓硫酸的加入调节了硫酸镁溶液的酸碱性, pH 为本项目的特征污染物, 纳入鉴别方案。

### 4) 浸出毒性初步鉴别

据原辅材料及工艺分析, 对可能涉及的无机氟化物、三氯甲烷、四氯化碳、汞、铅、锌、砷、硒进行了浸出毒性定量检测。三氯甲烷、四氯化碳未检出, 三氯甲烷、四氯化碳为二氯甲烷中可能带来的杂质成分。根据检测结果结合理论分析, 列入鉴别方案的浸出毒性检测指标为: 三氯甲烷、四氯化碳、铅、砷。

### 5) 毒性物质含量初步鉴别

根据原辅材料及工艺分析, 对可能涉及毒性物质含量的二氯甲烷、丙酮、乙醛、石油溶剂、汞、铅、锰、锌、砷、硒、氟进行了定量检测。为使检测分析更具全面性、代表性, 同时结合 ICP-MS 金属定性及半定量扫描、气相色谱-质谱法(GC-MS)扫描, 分析其他可能的元素及有机化合物, 对理论分析及定量检测结果进行补充完善。根据最可能存在形式结合风险最大化原则估算毒性物质含量, 根据检测结果结合理论分析, 列入鉴别方案的毒性物质含量检测指标为: 二氯甲烷、丙酮、石油溶剂、乙醛、铅、砷。

### 6) 急性毒性初步鉴别

由于待鉴副产物七水硫酸镁为固体, 其经蒸气、烟雾或粉尘吸入途径很少, 因此不对其 LC50 进行分析。针对初步采样的待鉴副产物七水硫酸镁样品进行了口服毒性半数致死量 LD50 检测, 检测结果均为不具备危险废物的急性经口毒性特征, 因此副产物七水硫酸镁不属于具有急性毒性的危险废物。

## 5. 危险特性检测和结果分析

正式采样总份样数为 100 次, 最小份样量为 1000 g, 采样周期为 1 个月, 每天采集 3-4 个样品。

### 1) 腐蚀性检测结果及分析

副产物七水硫酸镁采样及检测份样数为 100 份, 根据检测结果, 腐蚀性 pH 的检测结果为 6.23~6.67, 均没有超标样品, 超标份样数为 0, 小于《危险废物鉴别技术规范》(HJ 298-2019)中“7 检测结果判断”中规定的最大超标份样数 22, 因此副产物七水硫酸镁不属于具有腐蚀性的危险废物。

### 2) 浸出毒性检测结果及分析

副产物七水硫酸镁采样及检测份样数为 100 份, 根据检测结果, 三氯甲烷、四氯化碳、铅、砷的检测均没有超标样品, 超标份样数为 0, 小于《危险废物鉴别技术规范》(HJ 298-2019)中“7 检测结果判断”中规定的最大超标份样数 22, 因此副产物七水硫酸镁不属于具有浸出毒性的危险废物。

### 3) 毒性物质含量检测结果及分析

根据副产物七水硫酸镁的 100 个样品的检测结果, 附录 A 剧毒物质名录中四乙基铅、三碘化砷的总含量在 3.11~53.56 mg/kg, 小于致癌物质的总含量 1000 mg/kg 的限值要求。附录 B 有毒物质名录的总含量在 139.20~447.54 mg/kg, 小于有毒物质名录 30,000 mg/kg 的限值要求。附录 C 致癌物质名录总含量在 0.56~1.19 mg/kg, 小于致癌物质名录 1000 mg/kg 的限值要求。附录 E 生殖毒性物质名录总含量为 0~71.06 mg/kg, 小于生殖毒性物质名录中 5000 mg/kg 的限值要求。经计算, 已检测副产物七水硫酸镁的 100 个样品中毒性物质总超标率最大值为 0.0767, 小于限值 1。综上所述, 根据《危险废物鉴别标准毒性物质含量鉴别》(GB 5085.6-2007), 副产物七水硫酸镁所有检测样品均不符合该标准中 4.1-4.8 所列危险废物具有的条件。检测样品毒性物质含量超标份样数为 0, 小于《危险废物鉴别技术规范》(HJ 298-2019)中“7 检测结果判断”中规定的最大超标份样数 22。因此, 按照《危险废物鉴别标准毒性物质含量鉴别》(GB 5085.6-2007)标准限值, 副产物七水硫酸镁不属于危险废物。

## 6. 结论

根据原辅材料分析、工艺流程分析对副产物七水硫酸镁中可能的污染因子进行了识别, 然后通过初筛检测和一个月的 100 个样品的采样检测结果, 综合分析判定了副产物七水硫酸镁的危险特性。鉴别结论为在企业乙酰舒泛钾生产工艺流程及原辅材料不发生变化、生产运营稳定的情况下, 该项目产生的副产物七水硫酸镁不属于危险废物, 建议按照一般工业固体废物进行管理。前人的研究通常侧重于危险废物鉴别标准、管理程序、现状等[8] [9] [10] [11], 没有具体到乙酰舒泛钾生产工艺副产物七水硫酸镁七水硫酸镁的实例鉴别研究, 本文可以为类似副产物七水硫酸镁及其它副产盐的危险特性鉴别工作及研究提供参考。

## 参考文献

- [1] 再协. 危险废物处置需依法而为[J]. 中国资源综合利用, 2016, 34(2): 60.
- [2] 李鹏. 对于危险废物利用处置的研究与分析[J]. 资源节约与环保, 2018(8): 54.
- [3] 王春丽, 龙锦林, 蒋鹏, 陶银凤. 某化工企业副产盐危险废物鉴别的可行性分析[J]. 苏盐科技, 2021, 48(5): 43-44,73.
- [4] 任斌, 王高升, 方文杰, 等. 氟化工企业工业盐危险特性鉴别研究[J]. 浙江化工, 2019, 50(9): 51-54.
- [5] 杨峰, 文咏祥, 韩向阳. 甲烷热氯化吸附分离组合工艺生产二氯甲烷、三氯甲烷[J]. 现代化工, 2001, 21(11): 41-43.
- [6] 陈向锋, 等. 一种生产环保型氢氧化镁的新工艺——海水、卤水-轻烧白云石沉淀法[J]. 盐业与化工, 2008, 37(1): 43-45.
- [7] 罗明标, 张燮. FAAS 法同时测定工业氧化镁中杂质元素钙、铁、锰的研究和应用[J]. 光谱实验室, 1997(2): 11-14.

- [8] 岳战林. 中国危险废物鉴别体系完善性研究[J]. 节能与环保, 2009(1): 27-29.
- [9] 李延荣. 危险废物鉴别程序及鉴别工作的开展措施研究[J]. 造纸装备及材料, 2021, 50(10): 99-100.
- [10] 邵娟, 茆吉庆, 张洋阳. 我国危险废物鉴别现状浅析及建议[J]. 山东化工, 2022, 51(5): 246-248.
- [11] 王敏俐. 危险废物鉴别监测的现状分析及相关建议[J]. 资源节约与环保, 2020(4): 83.