

UDC

中华人民共和国国家标准



P

GB/T 50503 – 2014

兵器工业工厂废水监控规范

Monitoring and control code for waste
water of ordnance industry factory

2014 – 03 – 31 发布

2014 – 12 – 01 实施

中华人民共和国住房和城乡建设部
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局

联合发布

中华人民共和国国家标准

兵器工业工厂废水监控规范

Monitoring and control code for waste
water of ordnance industry factory

GB/T 50503 - 2014

主编部门：中国兵器工业集团公司

批准部门：中华人民共和国住房和城乡建设部

施行日期：2014年12月1日

中国计划出版社

2014 北 京

中华人民共和国国家标准
兵器工业工厂废水监控规范

GB/T 50503-2014



中国计划出版社出版

网址: www.jhpress.com

地址: 北京市西城区木樨地北里甲 11 号国宏大厦 C 座 3 层

邮政编码: 100038 电话: (010) 63906433 (发行部)

新华书店北京发行所发行

三河富华印刷包装有限公司印刷厂印刷

850mm×1168mm 1/32 1.875 印张 43 千字

2014 年 11 月第 1 版 2014 年 11 月第 1 次印刷



统一书号: 1580242·438

定价: 12.00 元

版权所有 侵权必究

侵权举报电话: (010) 63906404

如有印装质量问题, 请寄本社出版部调换

中华人民共和国住房和城乡建设部公告

第 367 号

关于发布国家标准 《兵器工业工厂废水监控规范》的公告

现批准《兵器工业工厂废水监控规范》为国家标准,编号为 GB/T 50503—2014,自 2014 年 12 月 1 日起实施。

本规范由我部标准定额研究所组织中国计划出版社出版发行。

中华人民共和国住房和城乡建设部

2014 年 3 月 31 日

前 言

本规范是根据原建设部《关于印发〈2005 年工程建设标准规范制订、修订计划(第二批)的通知〉》(建标〔2005〕124 号)的要求,由北京北方节能环保有限公司会同有关单位共同编制而成的。

在规范的编制过程中,编制组进行了广泛的调查研究,认真总结了我国兵器工业工厂生产废水监测技术和实践经验,同时参考并借鉴了国家环境监测有关标准,并广泛征求有关单位和专家的意见,对规范条文反复讨论修改,最后经专家审查定稿。

本规范共分 6 章,主要内容有:总则、术语、废水采样与水样保存、污染控制项目和监测分析方法、质量保证与控制 and 实验室管理。

本规范由住房和城乡建设部负责管理和对强制性条文的解释。由中国兵器工业集团公司负责日常管理工作,由北京北方节能环保有限公司负责具体技术内容的解释。在执行过程中,请各单位结合工作实践和科学研究,认真总结经验,注意积累资料。如发现需要修改和补充之处,请将意见和有关资料寄交北京北方节能环保有限公司(地址:北京市丰台区海鹰路总部国际 6 号院 21 号楼;邮政编码:100070;传真:010—83112159;电子邮箱:beijingzb2001@163.com),以便今后修订时参考。

本规范主编单位、参编单位、主要起草人及主要审查人:

主 编 单 位:北京北方节能环保有限公司

参 编 单 位:中国兵器工业集团公司

主要起草人：靳建永 蒋啸林 赵 晨 石变琴 林 毅
高瑞军 刘岩龙
主要审查人：王连军 李玉平 李振声 尹 涓 伍果毅
张 嵌 张 莉 毕秀荣

目 次

1	总 则	(1)
2	术 语	(2)
3	废水采样与水样保存	(4)
3.1	一般规定	(4)
3.2	废水采样与水样保存	(4)
4	污染控制项目和监测分析方法	(7)
4.1	污染控制项目	(7)
4.2	监测分析方法	(8)
5	质量保证与控制	(14)
5.1	一般规定	(14)
5.2	废水采样	(14)
5.3	实验室分析	(14)
5.4	监测仪器	(16)
5.5	试剂的配制	(16)
5.6	原始记录	(17)
5.7	有效数字及近似计算	(18)
5.8	校准曲线的制作	(19)
5.9	监测结果的表示方法	(20)
6	实验室管理	(21)
6.1	一般规定	(21)
6.2	实验室分析基础条件	(21)
6.3	危险化学品试剂的储存与管理	(22)
	本规范用词说明	(24)
	引用标准名录	(25)
	附:条文说明	(27)

Contents

1	General provisions	(1)
2	Terms	(2)
3	Sampling of wastewater and preservation of water samples	(4)
3.1	General provisions	(4)
3.2	Sampling of wastewater and preservation of water samples	(4)
4	Measuring items and analytical methods	(7)
4.1	Measuring items	(7)
4.2	Analytical methods	(8)
5	Quality assurance and control	(14)
5.1	General provisions	(14)
5.2	Sampling of wastewater	(14)
5.3	Laboratory analysis	(14)
5.4	Monitoring apparatus	(16)
5.5	Solution preparation	(16)
5.6	Original record	(17)
5.7	Available data and approximate calculation	(18)
5.8	Drawing of the calibration curve	(19)
5.9	The expression method of the measuring result	(20)
6	Management of the laboratory	(21)
6.1	General provisions	(21)
6.2	Basic condition of laboratory analysis	(21)
6.3	Storage and management of the dangerous chemical	

solution	(2 2)
Explanation of wording in this code	(2 4)
List of quoted standards	(2 5)
Addition: Explanation of provision	(2 7)

1 总 则

1.0.1 为了提高兵器工业工厂生产废水监测技术水平,确保废水处理设施的有效运行和达标排放,促进兵器工业工厂废水监测工作的科学化、规范化,制定本规范。

1.0.2 本规范适用于兵器工业火炸药、火工药剂、弹药装药和机械加工等工厂废水处理设施的建设与运行期间废水水质监测和内部监控管理工作。

1.0.3 兵器工业工厂废水监测除应符合本规范外,尚应符合国家现行有关标准的规定。

2 术 语

2.0.1 梯恩梯 2,4,6-trinitrotoluene

代号:TNT;其他名称:茶褐炸药;化学名称:2,4,6-三硝基甲苯;分子式: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$ 。

2.0.2 地恩梯 2,4-dinitrotoluene

代号:DNT;化学名称:2,4-二硝基甲苯;分子式: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2$ 。

2.0.3 黑索今 cyclotrimethylene trinitramine;hexogen

代号:RDX;化学名称:环三亚甲基三硝胺,又称1,3,5-三硝基-1,3,5-三氮杂环己烷;分子式: $(\text{CH}_2\text{NNO}_2)_3$ 。

2.0.4 奥克托今 cyclotetramethylene tetranitramine

代号:HMX;化学名称:环四亚甲基四硝胺,又称1,3,5,7-四硝基-1,3,5,7-四氮杂环辛烷;分子式: $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_8\text{O}_8$ 。

2.0.5 太安 pentaerythritol tetranitrate

代号:PETN;化学名称:季戊四醇四硝酸酯;分子式: $\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_{12}$ 。

2.0.6 硝化甘油 nitroglycerin

代号:NG;化学名称:1,2,3-丙三醇三硝酸酯或甘油三硝酸酯;分子式: $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_9\text{N}_3$ 。

2.0.7 硝化纤维素 nitrocellulose

代号:NC;纤维素与硝酸酯化后的反应产物。其中棉纤维素与硝酸酯化后的产物称硝化棉。

2.0.8 叠氮化铅 lead azide

是叠氮酸的铅盐,简称氮化铅;分子式: $\text{Pb}(\text{N}_3)_2$ 。

2.0.9 三硝基间苯二酸铅 three lead p-diphenyl oxide

也称斯蒂芬酸铅。化学名称:2,4,6-三硝基间苯二酚铅(中式盐),分子式: $\text{C}_6\text{HN}_3\text{O}_8\text{Pb} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

2.0.10 二硝基重氮酚 dinitrodiazophenol

代号:DDNP;化学名称:4,6-二硝基-2-重氮基-1-氧化苯;分子式: $C_6H_2N_4O_5$ 。

3 废水采样与水样保存

3.1 一般规定

3.1.1 采样点宜设置在工厂界区内生产设施排水口、废水处理设施进出水口以及废水排放口。

3.1.2 工厂宜根据废水水质监测结果,调整生产计划与工艺,强化废水处理设施运转,减少污染物排放。

3.2 废水采样与水样保存

3.2.1 采样前,应对工厂生产装置、生产工艺、生产用水和排水情况进行调查,分析废水类型,了解废水排放方式、废水处理工艺和排水去向,确定采样点。

3.2.2 经确定的采样点不宜随意变动,应建立管理档案,并在采样点设置明显标志。

3.2.3 采样频次应根据工厂生产特点、排水方式和监控目的确定。

3.2.4 采样前应制定采样计划,准备好采样器材和水样容器。

3.2.5 采样器材应按采样点位和测定项目,分类编号,固定专用。水样容器宜为无色硬质玻璃磨口瓶和具塞聚乙烯瓶,应容易清洗,并可反复使用。

3.2.6 水样采集后,应在水样中加入保存剂,按现行行业标准《水质采样 样品的保存和管理技术规定》HJ 493 的有关规定,做好样品的保存和管理。

3.2.7 采样完成后,应填写样品标签,并贴在水样容器外壁上。

3.2.8 兵器工业废水水样的容器选择、保存方式和洗涤方法应符合表 3.2.8 的要求。

表 3.2.8 水样的容器选择、保存方式和洗涤方法

序号	项目	采样 容器	保存剂用量	保存期	采样量 (mL)	容器 洗涤
1	梯恩梯 *	G	加硫酸酸化至 pH2~3	24h	500	I
2	黑索今 *	G	—	24h	500	I
3	奥克托金 *	G	—	24h	100	I
4	硝化甘油 *	G	—	7d	100	I
5	地恩梯 *	G	—	尽快测定	100	I
6	苯胺类化合物 *	G	—	14d	100	I
7	二硝基萘 *	G	—	尽快测定	200	I
8	二硝基重氮酚 *	G	—	8h	500	I
9	雷汞	G、P	加硝酸酸化至 pH<2	14d	500	II
10	硝基酚 *	G	pH>7	48h	300	I
11	亚铁氰化铅 *	G	加氢氧化钠调至 pH>12	48h	300	II
12	铁氰化铅 *	G	加氢氧化钠调至 pH>12	48h	300	II
13	硫氰化铅 *	G	加氢氧化钠调至 pH>12	48h	300	II
14	叠氮化钠 *	G	加氢氧化钠调至 pH>9	尽快测定	500	I
15	胂 *	G	调 pH 为 7	24h	100	I
16	5-硝氨基四唑钾 *	G	—	24h	100	I
17	三硝基间苯二酚 *	G	pH>7	48h	100	I
18	石油类	G	加入 HCl 至 pH≤2	7d	250	II
19	Cr ⁶⁺	G、P	NaOH, pH=8~9	14d	250	III
20	Fe	G、P	HNO ₃ , 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	III
21	Ni	G、P	HNO ₃ , 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	III
22	Cu	P	HNO ₃ , 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	III

续表 3.2.8

序号	项目	采样 容器	保存剂用量	保存期	采样量 (mL)	容器 洗涤
23	Zn	P	HNO ₃ , 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	Ⅲ
24	Cd	G、P	HNO ₃ , 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	Ⅲ
25	Hg	G、P	HCl, 1% 如水样为中性, 1L 水样中加浓 HCl 10mL	14d	250	Ⅲ
26	Pb	G、P	HNO ₃ , 1% 如水样为中性, 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10mL	14d	250	Ⅲ

注:1 “*”表示低温(0℃~4℃)避光保存。

2 G 为硬质玻璃瓶; P 为聚乙烯瓶。

3 I、II、III 分别表示三种洗涤方法:

I——洗涤剂洗 1 次, 自来水洗 3 次, 蒸馏水洗 1 次;

II——洗涤剂洗 1 次, 自来水洗 2 次, 1+3HNO₃ 荡洗 1 次, 自来水洗 3 次,
蒸馏水洗 1 次;

III——洗涤剂洗 1 次, 自来水洗 2 次, 1+3HNO₃ 荡洗 1 次, 自来水洗 3 次,
去离子水洗 1 次。

4 污染控制项目和监测分析方法

4.1 污染控制项目

4.1.1 兵器工业工厂生产废水应为火炸药废水、火工药剂废水、弹药装药废水、电镀废水、机械加工废水及其生活污水等。

4.1.2 火炸药废水污染控制项目主要有梯恩梯、黑索今、地恩梯、硝化甘油、总硝基化合物、铅、pH 值、色度、悬浮物、化学需氧量、生化需氧量、氨氮、总氮、总磷及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.1.3 火工药剂废水污染控制项目主要有总铅、硝基酚类、叠氮化钠、胂、硫氰酸盐、铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物、硫化物、pH 值、色度、悬浮物、化学需氧量、生化需氧量、氨氮、总氮、总磷及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.1.4 弹药装药废水污染控制项目主要有梯恩梯、黑索今、地恩梯、pH 值、色度、石油类、悬浮物、化学需氧量、生化需氧量、氨氮、总氮、总磷、阴离子表面活性剂及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.1.5 电镀废水污染控制项目主要有总铬、六价铬、总镍、总镉、总银、总铜、总锌、总铅、总汞、总铁、总铝、总氰化物、pH 值、化学需氧量、总磷、总氮、氨氮、氟化物、悬浮物、石油类及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.1.6 机械加工产生的含油废水污染控制项目主要有 pH 值、石油类、化学需氧量、悬浮物及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.1.7 兵器工业工厂生活污水污染控制项目主要有 pH 值、化学需氧量、生化需氧量、动植物油、悬浮物、氨氮、总氮、总磷及其他需要监测的项目。宜根据废水水质特性和监测需要,选择其中的部分或全部监测项目。

4.2 监测分析方法

4.2.1 监测分析方法的选择应符合下列要求:

1 宜首先选用国家或行业标准分析方法。

2 尚无国家或行业标准分析方法的监测项目时,可优先选用国际标准分析方法或行业统一分析方法。

3 尚无国际标准分析方法或行业统一分析方法的,亦可采用经过验证的新方法,但其检出限、准确度和精密度不得低于标准分析方法。

4.2.2 兵器工业火炸药废水污染控制项目的测定方法,可从表 4.2.2 中选取。

表 4.2.2 火炸药废水污染控制项目测定方法标准

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
1	铅(Pb)	示波极谱法	GB/T 13896
		原子吸收分光光度法	GB 7475
2	地恩梯(DNT)	水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600
3	硝化甘油(NG)	示波极谱法	GB/T 13902
4	梯恩梯(TNT)	水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法	HJ 598
		水质 梯恩梯的测定 N-氯代十六烷基吡啶——亚硫酸钠分光光度法	HJ 599
		水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600

续表 4.2.2

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
5	黑索今(RDX)	水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600
		水质 黑索今的测定 分光光度法	GB/T 13900
6	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB 6920
7	化学需氧量(COD _{Cr})	水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾法	GB/T 11914
8	生化需氧量(BOD ₅)	水质 五日生化需氧量(BOD ₅)的测定 稀释与接种法	HJ 505
9	悬浮物(SS)	水质 悬浮物的测定 重量法	GB 11901
10	色度	水质 色度的测定 稀释倍数法	GB 11903

4.2.3 兵器工业火工药剂废水污染控制项目的鉴定方法应从表 4.2.3 中选取。

表 4.2.3 火工药剂废水污染控制项目测定方法标准

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
1	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB 6920
2	总铅	双硫脲分光光度法	GB 7470
3	总铅	原子吸收分光光度法	GB 7475
4	生化需氧量(BOD ₅)	水质 五日生化需氧量(BOD ₅)的测定 稀释与接种法	HJ 505
5	色度	水质 色度的测定 稀释倍数法	GB 11903
6	化学需氧量(COD)	水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾法	GB/T 11914
7	硫氰酸盐	异烟酸—吡唑啉酮分光光度法	GB/T 13897
8	铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物	原子吸收分光光度法	GB/T 13898
9	铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物	三氯化铁分光光度法	GB/T 13899

续表 4.2.3

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
10	肼	对二甲氨基苯甲醛分光光度法	GB/T 15507
11	硫化物	亚甲基蓝分光光度法	GB/T 16489
12	硝基酚类	水质 硝基酚类的测定 固相萃取/气相色谱——质谱法	ISO 17495

4.2.4 兵器工业弹药装药废水污染控制项目的测定方法应从表 4.2.4 中选取。

表 4.2.4 弹药装药废水水污染控制项目测定方法标准

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
1	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB 6920
2	色度	水质 色度的测定 稀释倍数法	GB 11903
3	生化需氧量 (BOD ₅)	水质 五日生化需氧量(BOD ₅)的测定 稀释与接种法	HJ 505
		水质 生化需氧量(BOD ₅)的测定 微生物传感器快速测定法	HJ/T 86
4	化学需氧量 (COD _{cr})	水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法	GB 11914
		水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法	HJ/T 399
5	总磷	水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法	GB/T 11893
6	总氮	水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解分光光度法	HJ 636
		水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法	HJ/T 199
7	氨氮	水质 氨氮的测定 蒸馏—中和滴定法	GB/T 7478
		水质 铵的测定 纳氏试剂比色法	GB/T 7479
		水质 铵的测定 水杨酸分光光度法	GB/T 7481
		水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法	HJ/T 195

续表 4.2.4

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
8	阴离子表面活性剂	水质 阴离子表面活性剂的测定 亚甲基分光光度法	GB/T 7494
9	石油类	水质 石油类的测定 红外光度法	GB/T 16488
		水质 石油类和动植物油类的测定红外分光光度法	HJ 637
10	悬浮物(SS)	水质 悬浮物的测定 重量法	GB 11901
11	梯恩梯(TNT)	水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法	HJ 598
		水质 梯恩梯的测定 N-氯代十六烷基吡啶—亚硫酸钠分光光度法	HJ 599
		水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600
12	地恩梯(DNT)	水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600
13	黑索今(RDX)	水质 梯恩梯、黑索金、地恩梯的测定 气相色谱法	HJ 600
		水质 黑索金的测定 分光光度法	GB/T 13900

4.2.5 电镀废水污染控制项目的测定方法应从表 4.2.5 中选取。

表 4.2.5 电镀废水污染控制项目测定方法标准

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
1	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB 6920
2	总铬	水质 总铬的测定 高锰酸钾氧化-二苯碳酰二肼分光光度法	GB/T 7466
3	六价铬	水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法	GB/T 7467

续表 4.2.5

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
4	总镍	水质 镍的测定 丁二酮肟分光光度法	GB/T 11910
		水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法	GB/T 11912
5	总镉	水质 镉的测定 双硫脲分光光度法	GB/T 7471
		水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	GB/T 7475
6	总银	水质 银的测定 火焰原子吸收分光光度法	GB/T 11907
		水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法	GB/T 11908
7	总铜	水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉分光光度法	GB/T 7473
		水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法	HJ 485
		水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	GB/T 7475
8	总锌	水质 锌的测定 双硫脲分光光度法	GB/T 7472
		水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	GB/T 7475
9	总铅	水质 铅的测定 双硫脲分光光度法	GB/T 7470
		水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	GB/T 7475
10	总汞	水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法	HJ 597
		水质 总汞的测定 高锰酸钾-过硫酸钾消解法 双硫脲分光光度法	GB/T 7469
11	总铁	水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法	GB/T 11911
		水质 总铁的测定 邻菲罗啉分光光度法 (试行)	HJ/T 345

续表 4.2.5

序号	污染物项目	方法标准名称	方法标准编号
12	总铝	水质 铝的测定 间接火焰原子吸收法	GB 21900 附录
		水质 铝的测定 电感耦合等离子发射光谱法	GB 21900 附录
13	化学需氧量	水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾法	GB/T 11914
14	总氮	水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法	HJ/T 199
		水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法	HJ 636
15	氨氮	水质 氨氮的测定 蒸馏-中和滴定法	HJ 537
		水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法	HJ 535
		水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法	HJ 536
		水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法	HJ/T 195
16	总磷	水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法	GB/T 11893
17	悬浮物	水质 悬浮物的测定 重量法	GB 11901
18	总氰化物	水质 氰化物的测定 硝酸银滴定法	GB/T 7486
		水质 氰化物的测定 异烟酸-吡啶啉酮比色法	GB/T 7487
19	石油类	水质 石油类的测定 红外光度法	GB/T 16488
		水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法	HJ 637
20	氟化物	水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法	GB/T 7483
		水质 氟化物的测定 离子选择电极法	GB/T 7484
		水质 氟化物的测定 离子色谱法	HJ/T 84

4.2.6 生活污水和含油废水污染控制项目的测定方法,可从《污水综合排放标准》GB 8978 中选取。

5 质量保证与控制

5.1 一般规定

- 5.1.1 原始记录不得涂改,并应按规定期限,保存备查。
- 5.1.2 有效数字的位数不得任意增删。
- 5.1.3 制作校准曲线用的容器和量器,应经检定合格。
- 5.1.4 监测结果的计量单位应采用中华人民共和国法定计量单位。

5.2 废水采样

- 5.2.1 使用水样容器直接采样时,应用水样冲洗 3 次。
- 5.2.2 当水面有浮油时,用于测定油类的水样容器不宜冲洗。
- 5.2.3 采样点水面有杂物、垃圾等漂浮物时,应予以除去。
- 5.2.4 测定 pH 值、溶解氧、化学耗氧量、生化需氧量、石油类、有机物、硫化物、悬浮物和其他可溶性气体等项目的废水样,应采集单独水样,不得混合。并应注满容器,用水封口。
- 5.2.5 除测定悬浮物和油类的水样外,水样中有沉降性固体的应分离除去。
- 5.2.6 在采样的同时,应做好采样记录。
- 5.2.7 采样结束前,应核对采样计划、记录与水样是否相符,如有错误或遗漏,应补采或重采。
- 5.2.8 采样过程中,采样人员不得有影响采样质量的行为,并应注意采样安全,防止中毒及意外事故发生。

5.3 实验室分析

- 5.3.1 对送入实验室的水样应首先核对采样计划、样品编号与标

签、包装情况、保存条件和有效期等,符合要求的样品方可开展分析。

5.3.2 每批水样分析时,应同时测定现场空白和实验室空白,当空白值明显偏高,或两者差异较大时,应检查原因,消除空白值偏高的因素。

5.3.3 水样分析中的校准曲线控制应符合下列要求:

1 用分光光度法校准曲线定量时,应检查校准曲线的相关系数和截距是否正常,必要时进行校准曲线斜率、截距的统计检验和校准曲线的精密度检验。

2 校准曲线斜率比较稳定的监测项目,在实验条件没有改变、样品分析与校准曲线制作不同时进行的情况下,应在样品分析的同时测定校准曲线上 1 个~2 个点(0.3 倍和 0.8 倍测定上限),其测定结果与原校准曲线相应浓度点的相对偏差绝对值不得大于 10%,否则,应重新制作校准曲线。

3 原子吸收分光光度法、气相色谱法、离子色谱法、冷原子吸收(荧光)测汞法等仪器分析方法校准曲线的制作,应与样品测定同时进行。

5.3.4 精密度控制应符合现行行业标准《地表水和污水监测技术规范》HJ/T 91—2002 中第 11.6.2.4 款的规定。

5.3.5 准确度控制应符合现行行业标准《地表水和污水监测技术规范》HJ/T 91—2002 中第 11.6.2.5 款的规定。

5.3.6 原始记录和监测报告应执行三级审核制度,审核人员应在原始记录和监测报告上签名。

1 第一级审核应主要校对原始记录的完整性和规范性,仪器设备、分析方法的适用性和有效性,测试数据和计算结果的准确性。

2 第二级审核应主要校核监测报告和原始记录的一致性,报告内容完整性、数据准确性和结论正确性。

3 第三级审核应主要检查监测报告是否经过了校核,报告内

容的完整性和符合性,监测结果的合理性和结论的正确性。

5.4 监测仪器

5.4.1 监测仪器及其软件的准确度,应符合分析方法的要求。

5.4.2 监测仪器设备在使用前应经过检定、校准、检查。

5.4.3 在用仪器设备,应进行经常性维护。

5.5 试剂的配制

5.5.1 盛装试剂的试剂瓶,应采用合适材质和容积,保证瓶塞的密合性。

5.5.2 试剂的配制应遵循下列要求:

1 配制液体酸溶液,应先在容器中加入水,然后量取浓酸倒入水中,待所配酸溶液冷却后,转移至容量瓶中,稀释至刻度。

2 配制浓硫酸溶液,应将浓硫酸缓慢地倒入水中,并边倒边搅拌,不得把水倾倒在浓硫酸中。

3 配制固体碱溶液,应用烧杯在台式天平上准确、迅速地称出所需要的固体碱,溶于水中,再稀释至所需体积。配置完的溶液应在冷却后再转移至容量瓶中。

4 配制液体碱时,应先在容器中放水,然后量取一定体积的液体碱倒入水中,待所配碱溶液冷却后,再转移至容量瓶,稀释至刻度。

5 配制盐溶液,可在台式天平上称取所需量的试剂溶于适量水中,再用水稀释到预定体积。对于不易溶解或易水解的盐,可加入适量的酸,再用水或稀酸稀释;对易被氧化或还原的盐,应在使用前临时配置,并应采取相应的措施,防止盐在配制过程中被氧化或还原。

5.5.3 配制准确浓度的标准滴定溶液,应用基准试剂,不得用其他试剂代替。

5.5.4 制备标准滴定溶液应遵循现行国家标准《化学试剂 标准

滴定溶液的制备》GB/T 601 的有关要求。

5.5.5 试剂瓶上应贴有标签,标明试剂名称、浓度、配制日期、有效期和配制人。

5.5.6 要求避光存放的试剂,应采用棕色瓶盛装,并避光保存。

5.5.7 取用保存于冰箱内的试液时,应将试剂瓶置于室温下,使其温度与室温平衡后再量取。

5.6 原始记录

5.6.1 记录应用仿宋体或楷体书写,字迹端正、清晰。

5.6.2 在分析过程中,应及时、真实填写原始记录,不应凭追忆事后补填或抄填。

5.6.3 记录表中无内容可填的空白栏,应用“—”标记。

5.6.4 当需修改数据时,应在此数据上画一横线,在其上方或空白处写出正确数据。当需改正的内容较多时,可用框线画出,在框边处填写“作废”两字,并将正确值填写在其上方。所有的改动处均应有更改人签名或盖章,并由另一人签字证明。

5.6.5 一个数据最多允许修改两次,三次以上应将此记录作废。记录作废应由实验室负责人(或技术人员)签字,并注明作废原因。

5.6.6 对于分析过程中的特异情况和有必要说明的问题,应记录在备注栏内或记录表边旁。

5.6.7 记录测量数据时,应根据计量器具的精度和仪器的刻度,只保留一位可疑数字,测试数据的有效位数和误差表达方式应符合本规范第 5.7 节的规定。

5.6.8 记录中的数值修约应按现行国家标准《数值修约规则与极限数值的表示和判定》GB/T 8170 的规定执行。

5.6.9 监测分析人员应根据有关标准要求,对原始记录作必要的数据处理。在数据处理时,发现异常数据不得轻易剔除,应按照现行国家标准《数据的统计处理和解释 正态样本异常值的判断和

处理》GB 4883 对异常值进行判断和处理。

5.7 有效数字及近似计算

5.7.1 有效数字的近似计算应符合下列规定：

1 加法和减法

几个近似值相加减时，其最后结果的有效数字自左起不得超过参加计算的近似值中第一个出现的可疑数字。在小数的加减计算中，结果所保留的小数点后的位数应与各近似值中小数点后位数最小者相同。

2 乘法和除法

几个近似值相乘除时，所得积与商的有效数字位数应与近似值中有效数字位数最少者相同。

3 乘方和开方

近似值乘方或开方时，原近似值有几位有效数字，计算结果就可保留几位有效数字。

4 对数和反对数

在近似值的对数计算中，所取对数的小数点后的位数（不包括首数）应与真数的有效位数相同。

5 求四个或四个以上准确度接近的数值的平均值时，其有效数字位数可增加一位。

5.7.2 数字“0”，当它用于指示小数点的位置而与测量的准确度无关时，不得作为有效数字；当它用于表示与测量准确程度有关的数值大小时，应为有效数字。

5.7.3 在记录测量值时，应同时考虑到计量器具的精密度和准确度，以及测量仪器本身的读数误差。对检定合格的计量器具，有效位数可记录到最小分度值，最多保留一位不确定数字（估计值）。

5.7.4 表示精密度的有效数字，可根据分析方法和待测物的浓度不同，宜只取一位有效数字。测定次数很多时，可取两位有效数字，且最多只取两位有效数字。

5.7.5 分析结果有效数字所能达到的数位不得超过方法检出限的有效数字所能达到的数位。

5.7.6 在数值计算中,当有效数字位数确定之后,其余数字应按修约规则全部舍去。

5.7.7 在数值计算中,某些倍数、分数、不连续物理量的数目,以及不经测量而完全根据理论计算或定义得到的数值,其有效数字的位数可视为无限。这类数值在计算中需要几位就可写几位。

5.8 校准曲线的制作

5.8.1 校准曲线制作应与水样测定同时进行。

5.8.2 校准曲线制作应按样品测定的相同操作步骤进行,测得的仪器响应值应在扣除零浓度的响应值后,绘制曲线。

5.8.3 制作校准曲线时,包括零浓度点在内至少应有 6 个浓度点。各浓度点应较均匀地分布在该方法的线性范围内。

5.8.4 评价和度量分光光度法中某种被测物质的浓度与相应的吸光度等之间相关关系的密切程度可用线性回归分析方法。当用线性回归方程计算校准曲线的相关系数、截距和斜率时,除应符合标准方法中规定的要求外,相关系数应大于或等于 0.999;用线性回归方程计算结果时,相关系数应大于或等于 0.999。

5.8.5 石墨炉原子吸收分光光度法、原子荧光法、等离子发射光谱法、气相色谱法、离子色谱法等,应检查测量信号与测定浓度的线性关系,当 r 大于或等于 0.999 时,可用内插法处理数据;当 r 小于 0.999,而测量信号与浓度确实存在一定的线性关系,可用比例法计算结果。

5.8.6 校准曲线相关系数只舍不入,保留到小数点后出现非 9 的一位。当小数点后都是 9 时,应保留小数点后 4 位。校准曲线斜率 b 的有效位数,应与自变量 x 的有效数字位数相等,或最多比 x 多保留一位。截距 a 的最后一位数,则和因变量 y 数值的最后一位取齐,或最多比 y 多保留一位数。

5.9 监测结果的表示方法

5.9.1 在废水监测项目中,污染物浓度含量应以 mg/L 表示;浓度较低时,可以 $\mu\text{g/L}$ 表示。

5.9.2 平行双样测定结果在允许偏差范围之内时,可用其平均值表示测定结果。

5.9.3 当测定结果高于分析方法检出限时,应报实际测定结果值;当测定结果低于分析方法检出限时,应报所使用方法的检出限值,并加标志位 L。

5.9.4 平行样的精密度应采用相对偏差表示;一组测量值的精密度应采用标准偏差或相对标准偏差表示。

5.9.5 测定结果的准确度可以加标回收率表示;也可根据标准物质的测定结果,用相对误差表示。

6 实验室管理

6.1 一般规定

- 6.1.1 实验室分析人员应经培训合格,持证上岗。
- 6.1.2 实验室测试区域应与办公场所分离,并应符合环保、健康、安全的要求。
- 6.1.3 实验室用水规格和制备方法,应符合现行国家标准《分析实验室用水规格和试验方法》GB/T 6682 的有关要求。
- 6.1.4 应根据分析任务、分析方法和对分析结果准确度的要求等,选用不同等级或不同纯度的试剂。当试剂纯度不符合要求时,应对试剂进行提纯处理。
- 6.1.5 危险化学品试剂应向有资格经营化学试剂的部门或生产单位购买,贮存与管理应符合现行国家标准《常用化学危险品贮存通则》GB 15603 的规定。

6.2 实验室分析基础条件

- 6.2.1 实验室分析人员应具备下列基本条件:
 - 1 掌握环境监测、理化分析基础理论和专业技术知识。
 - 2 熟悉兵器工业水污染物监测分析方法和操作技术。
 - 3 了解废水监测分析的质量控制程序。
 - 4 熟悉国家有关环境保护的法律法规、标准和规定。
- 6.2.2 实验室环境条件应符合下列要求:
 - 1 布局合理,整洁、通风、安全。
 - 2 相互有干扰的项目不得在同一实验室内操作。
 - 3 监测分析过程中有气雾、废气产生的实验室和实验装置,应配备排风系统。
 - 4 产生刺激性、腐蚀性、有毒气体的实验操作,应在通风柜内

进行。

5 分析天平应设置专室,安装空调、窗帘,满足避光、防震、防尘、防潮、防腐蚀性气体等要求,并应避免空气对流。

6 所有的化学试剂、试液的包装瓶上应有标签,并应分类储存。储存室应具备防盗、防潮、防火、防爆、防毒、避光和通风的条件。

7 当监测项目或监测仪器设备对环境条件有具体要求或限制时,应配备对环境条件能进行有效监控的设施。

8 当环境条件可能影响监测结果的准确性和有效性时,应停止监测。

6.2.3 实验室纯水应符合下列要求:

1 实验室纯水应为无色透明的液体,不得有肉眼可辨的颜色及纤絮杂质。

2 实验室纯水的原料应是饮用水或比较干净的水,当有污染或空白达不到要求时,应进行纯化处理。

6.2.4 监测分析采用的玻璃器皿应符合下列要求:

1 根据监测项目的需要,应采用合适材质的器皿,必要时可按监测项目固定专用。

2 使用后,应及时清洗、晾干、分类存放,防止灰尘玷污。

6.2.5 实验室使用的化学试剂应符合下列要求:

1 所有试剂、试液包装瓶上的标签应完整、清晰,不得在容器内装入与标签不相符的药品。

2 化学试剂应分类储存,妥善保管。不得使用已经变质、污染或失效的试剂或试液。

3 取用试剂时,应遵循“量用为出、只出不进”的原则,取出后及时盖紧试剂瓶盖。

4 固体试剂与液体试剂或试液不得混合贮存。

6.3 危险化学品试剂的储存与管理

6.3.1 易爆炸试剂应单独存放。

6.3.2 氧化性试剂应根据其类别,采取分区、隔离或单独储存。

6.3.3 易燃性试剂的储存应符合下列要求:

1 易燃气体试剂:氢、乙炔、甲烷等可同库储存,应注意通风,钢瓶气不得在实验室存放。

2 遇水燃烧试剂:连二亚硫酸钠宜单独存放,与钠、钠汞齐、钾、钙等应隔离存放。钠汞齐、钾、钙可同库存放。钾、钠应保存于煤油中。

3 黄磷、硝化纤维、三乙基铝等自燃试剂宜分别单独储存,保存于水中。

4 易燃液体试剂可同库储存,并应保存于阴凉处,远离热源,不得有明火。

5 硝化棉、红磷、硫等易燃固体试剂可同库储存。

6.3.4 毒害性试剂可同库分区储存,并应符合下列要求:

1 剧毒品应设专柜储存、双人双锁保管。

2 建立使用登记制度。

3 现用现领,用后的剩余量不论是液体还是固体都应交回保管人。

6.3.5 腐蚀性试剂的储存应符合下列要求:

1 碱类与酸类(有机酸类与无机酸类)应分库储存。

2 除三氯化磷等卤化磷类与氯化铬酰应隔离存放外,有机酸类与无机酸类可同库分区储存。

3 甲醛溶液在气温高于 15℃ 时,可与一般液体毒品同库储存,冬季应保暖。

4 乙酸酐、甲酸、冰乙酸(包括 36%)可与一般易燃液体同库分区储存。

5 库存量不大的,固体碱类可与非危险品同库分区储存。

6 氢氧化铵库存量大的,宜单独存放。

本规范用词说明

1 为便于在执行本规范条文时区别对待,对要求严格程度不同的用词说明如下:

1)表示很严格,非这样做不可的:

正面词采用“必须”,反面词采用“严禁”;

2)表示严格,在正常情况下均应这样做的:

正面词采用“应”,反面词采用“不应”或“不得”;

3)表示允许稍有选择,在条件许可时首先应这样做的:

正面词采用“宜”,反面词采用“不宜”;

4)表示有选择,在一定条件下可以这样做的,采用“可”。

2 条文中指明应按其他有关标准执行的写法为:“应符合……的规定”或“应按……执行”。

引用标准名录

- 《弹药系统术语》GJB 102A—1998
- 《民用爆破器材术语、符号》GB/T 14659—2003
- 《水质 采样方案设计技术规范》HJ 495—2009
- 《水质 采样技术指导》HJ 494—2009
- 《水质采样 样品的保存和管理技术规范》HJ 493
- 《污水综合排放标准》GB 8978
- 《地下水环境监测技术规范》HJ/T 164—2004
- 《地表水和污水监测技术规范》HJ/T 91
- 《环境保护图形标志——排放口(源)》GB 15562.1—1995
- 《数据的统计处理和解释 正态样本异常值的判断和处理》
GB 4883—1985
- 《数值修约规则与极限数值的表示和判定》GB/T 8170
- 《分析实验室用水规格和试验方法》GB/T 6682—2008
- 《化学试剂 标准滴定溶液的制备》GB/T 601
- 《常用化学危险品贮存通则》GB 15603

中华人民共和国国家标准

兵器工业工厂废水监控规范

GB/T 50503 - 2014

条 文 说 明

目 次

1	总 则	(3 1)
2	术 语	(3 2)
3	废水采样与水样保存	(3 3)
3.1	一般规定	(3 3)
3.2	废水采样与水样保存	(3 3)
4	污染控制项目和监测分析方法	(3 5)
4.1	污染控制项目	(3 5)
4.2	监测分析方法	(3 6)
5	质量保证与控制	(3 7)
5.1	一般规定	(3 7)
5.2	废水采样	(3 7)
5.3	实验室分析	(3 7)
5.4	监测仪器	(3 9)
5.5	试剂的配制	(3 9)
5.6	原始记录	(4 0)
5.7	有效数字及近似计算	(4 1)
5.8	校准曲线的制作	(4 3)
5.9	监测结果的表示方法	(4 4)
6	实验室管理	(4 5)
6.1	一般规定	(4 5)
6.2	实验室分析基础条件	(4 5)
6.3	危险化学品试剂的储存与管理	(4 7)

1 总 则

- 1.0.1 本条说明了制定本规范的理由和目的。
- 1.0.2 本条阐明了本规范的适用范围。
- 1.0.3 本条说明了本规范与国家现行相关标准、规范的关系。

2 术 语

2.0.1~2.0.10 本规范中涉及的术语,在《弹药系统术语》GJB 102A 和《民用爆破器材术语、符号》GB/T 14659 都有明确的定义,本规范统一采用这些标准中的术语,而不再重复出现定义。

3 废水采样与水样保存

3.1 一般规定

3.1.1 本条说明了兵器工业建设项目废水采样点位置。

3.1.2 本条说明了兵器工业建设项目应根据水质监测结果采取有效手段减少污染物排放。

3.2 废水采样与水样保存

3.2.1 为确保所采集的废水样品的代表性,要求采样人员在采样前要做一些前期调研工作,掌握和了解企业排水情况,并在上述调查研究的基础上,分析企业废水的类型和特性,合理确定采样点。

3.2.2 采样点在确定前应经过仔细分析研究,为保证采样的科学性与可对比性,采样点不宜随意变动。为了加强监控管理,要求工厂建立管理档案,并在采样点设置明显标志。

3.2.3 在企业正常生产情况下,每天的生产时间一般在 8h~24h。在一个生产周期内,间隔多长时间采一次废水样,国家在相关的规范中有明确的规定,如生产周期在 8h 之内的,每 2 个小时采一次样;生产周期在 24h 之内的,每 4 个小时采一次样,除此之外,还对一些特殊情况下的采样做出了相应的规定等。因此,本条要求监测人员在确定采样频次时,应根据企业的生产特点、排水规律,结合国家的有关规定进行选择 and 确定。

3.2.4 本条对采样前准备工作进行了规定。

3.2.5 本条对采样器材进行了规定。

3.2.6 本条对水样的保存进行了规定。

3.2.7 样品是从各种水体及各类型水中取得的实物证据和资料,水样妥善而严格的管理是获得可靠监测数据的必要手段。在采样

过程中,要认真做好采样记录和样品登记。水样采集后,往往根据不同的分析要求,分装成数份,并分别加入保存剂。对每一份样品都应附一张完整的水样标签。可以根据实际情况设计水样标签,标签填好后要牢固地贴于盛装水样的容器外壁上。

3.2.8 本条对水样容器的选择、容器的洗涤方法和水样保存方法做了规定,这些规定是系统总结了兵器行业环境监测分析人员在三十多年工作实践中总结和积累下来的宝贵经验,是行之有效的。

4 污染控制项目和监测分析方法

4.1 污染控制项目

4.1.1 本条说明了兵器工业生产废水的种类。

4.1.2 本条规定了兵器工业火炸药生产废水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《兵器工业水污染物排放标准 火炸药》GB 14470.1 中确定的控制项目选取监测项目,如果当地环保部门另有要求,就按照环保部门的要求执行。

4.1.3 本条规定了兵器工业火工药剂生产废水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《兵器工业水污染物排放标准 火工药剂》GB 14470.2 中确定的控制项目选取监测项目,如果当地环保部门另有要求,就按照环保部门的要求执行。

4.1.4 本条规定了兵器工业弹药装药废水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《兵器工业水污染物排放标准 弹药装药》GB 14470.3 中确定的控制项目选取监测项目,如果当地环保部门另有要求,就按照环保部门的要求执行。

4.1.5 本条规定了兵器工业电镀废水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《电镀污染物排放标准》GB 21900 中确定的控制项目选取监测项目,如果当地环保部门另有要求,就按照环保部门的要求执行。

4.1.6 本条规定了兵器工业机械加工废水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《污水综合排放标准》GB 8978 中确定的控制项目选取监测项目,如果当地环保部门另有要求,就按照环保部门的要求执行。

4.1.7 本条规定了兵器工业生活污水污染物监测项目的选取方式。一般情况下,可按照《污水综合排放标准》GB 8978 中确定的

控制项目选取监测项目。

4.2 监测分析方法

4.2.1 本条规定了兵器工业水污染物所采用的分析方法的选择原则。兵器工业水污染物监测分析方法大部分已成为国家分析方法标准,也有个别污染项目,只有兵器行业,特别是火炸药、火工药剂生产中才涉及,其监测方法没有上升到国家分析方法标准,只在兵器工业的专业厂使用,但这些方法都经过了行业技术鉴定,而且一直沿用至今。分析方法的选择是保证监测分析质量的重要环节,本条规定了分析方法的选择原则:一般情况下,有国家或行业标准分析方法的,优先选用国家或行业标准分析方法,尚无国家行业标准分析方法的监测项目,可选用行业统一分析方法或行业规范。但是,由于废水样品来源复杂,样品之间个体差异很大,因此具体应用时要注意方法的适用性,必要时要结合样品的特殊性对标准方法进行适当的修正。采用经过验证的新方法,其检出限、准确度和精密度不得低于标准分析方法。

4.2.2 本条规定了兵器工业火炸药废水污染控制项目的测定方法。

4.2.3 本条规定了兵器工业火工药剂废水污染控制项目的测定方法。

4.2.4 本条规定了兵器工业弹药装药废水污染控制项目的测定方法。

4.2.5 本条规定了兵器工业电镀废水污染控制项目的测定方法。

4.2.6 本条规定了兵器工业生活污水和含油废水污染控制项目的测定方法。

5 质量保证与控制

5.1 一般规定

5.1.1 为了保证监测数据的真实性,本条规定原始记录不得涂改。

5.1.2 所谓有效数字是指在分析和测量中所能得到的有实际意义的数字。换句话说,有效数字的位数反映了计量器具(或仪器)的精确度和准确度。记录和报告的测量结果只应包含有效数字,因此,本条规定对有效数字的位数不能任意增删。

5.1.3 本条是对制作校准曲线用的容器和量器所做的规定。

5.1.4 本条是对监测结果采用的计量单位所做的规定。监测结果的计量单位应采用中华人民共和国法定计量单位,非法定计量单位应该换算成法定计量单位。

5.2 废水采样

5.2.1~5.2.8 本节对采样过程的注意事项提出了具体要求,这些要求是采样质量控制的重要内容。只有按照本节规定的8条要求做,所采集的样品就能反映废水总体的真实状况,使其具有代表性。

5.3 实验室分析

5.3.1 实验室分析质量控制的目的在于把监测分析误差控制在一定的可接受的限度之内,保证测试结果的精密度在给定的置信水平内,达到规定的质量要求。

本条是对实验室分析质量控制的第一个程序——送入实验室的水样质量控制的规定。送入实验室的水样在开展分析前,首先

应核对采样计划、样品编号与标签、包装情况、保存条件和有效期等,对符合要求和没有疑问的样品方可进入监测分析程序。

5.3.2 本条是对空白实验的规定。空白实验是实验室分析质量控制的重要手段之一。空白值是指以实验用水代替样品,其他分析步骤及使用试液与样品测定完全相同的操作过程所测得的值。影响空白值的因素有:实验用水的质量、试剂的纯度、器皿的洁净程度、计量仪器的性能及环境条件等。一个实验室在严格的操作条件下,对某个分析方法的空白值通常在很小的范围内波动。空白值的大小和它的分散程度,影响着方法的检测限和测试结果的精密度。

5.3.3 本条是对水样分析中采用的校准曲线控制的 3 条规定:

1 当用分光光度法校准曲线定量分析时,必须检查校准曲线的相关系数、斜率和截距是否正常。如果不正常,就应进行校准曲线斜率、截距的统计检验和校准曲线的精密度检验。

2 对校准曲线斜率比较稳定的监测项目,在实验条件没有改变、样品分析与校准曲线制作不同时进行的情况下,应在样品分析的同时,测定校准曲线上 1 个~2 个点(0.3 倍和 0.8 倍测定上限),其测定结果与原校准曲线相应浓度点的相对偏差绝对值不得大于 10%,否则,就应重新制作校准曲线。

3 原子吸收分光光度法、气相色谱法、离子色谱法、冷原子吸收(荧光)测汞法等仪器分析方法校准曲线的制作,必须与样品测定同时进行。

5.3.4 本条是对精密度控制所做的规定。

5.3.5 本条是对准确度控制所做的规定。

5.3.6 本条是对原始记录和监测报告的审核所做的规定。

废水监测原始记录和监测报告执行三级审核制。第一级为采样或分析人员之间的相互校对;第二级为科室(或班组)负责人的校核;第三级为技术负责人(或授权签字人)的审核签发。

第一级主要校对原始记录的完整性和规范性,仪器设备、分析

方法的适用性和有效性,测试数据和计算结果的准确性,校对人员应在原始记录上签名。

第二级主要校核监测报告和原始记录的一致性,报告内容完整性、数据准确性和结论正确性。

第三级审核监测报告是否经过了校核,报告内容的完整性和符合性,监测结果的合理性和结论的正确性。

第二、第三级校核、审核后,均应在监测报告上签名。

5.4 监测仪器

5.4.1 本条对用于采样、现场监测、实验室测试的仪器设备及其软件应能达到所需的准确度、精密度以及符合相应监测方法标准或技术规范等提出了要求。

5.4.2 对仪器的技术管理,主要是检查、验收、安装调试、检定或校准,以满足监测方法标准或技术规范的要求。本条规定了仪器设备在每次使用前应进行检查或校准或检定。

5.4.3 仪器的日常性维护包括安放在固定的房间和固定的位置,避免使用时来回搬动而影响仪器的使用寿命;需防震的仪器要和机械震动大的仪表设备分开放置,以免互相干扰;指定专人负责管理仪器,设立使用登记记录;建立常规的保养制度,确定仪器保养内容和维护检查项目,建立有关故障处理记录;做好技术培训工作,使有关操作人员熟悉所使用仪器的原理、性能、特点、操作和一般故障的排除等。

5.5 试剂的配制

5.5.1 本条对盛装试剂的试剂瓶的选择做出了规定,并注意瓶塞的密合性。

5.5.2 溶液的配制是每个从事水质分析工作者所必须熟练掌握的一种基本功,它直接影响到分析测定结果的准确度和精密度。本条针对液体酸溶液、浓硫酸溶液、固体碱溶液、液体碱溶液、盐溶

液以及标准溶液的配制作出了相应的规定。

5.5.3 本条规定直接配制准确浓度而不进行标定的标准滴定溶液,必须用基准试剂。

5.5.4 基准试剂标定标准滴定溶液的操作要求在《化学试剂 标准滴定溶液的制备》GB/T 601 中有明确的规定,本条规定了按照《化学试剂 标准滴定溶液的制备》GB/T 601 的相关规定执行。

5.5.5 本条规定了试剂瓶上必须贴有与瓶内溶液相符合的标签,标签内容应包括试剂名称、浓度、配制日期、有效期和配制人等项目。

5.5.6 有的试剂要求避光存放,对此类溶液,应采用棕色瓶盛装,并避光保存。

5.5.7 有些试剂对储存环境的温度有要求时,一般放在冰箱内的冷藏室存放,在使用时,应将试剂瓶置于室温下,使其温度与室温平衡后再量取。

5.6 原始记录

5.6.1 本条是对记录所使用的字体和书写要求做出的规定。

5.6.2 在水环境监测工作中,不仅要准确地进行测定,而且要正确地进行记录和计算。分析测定的同时要做好原始记录。本条规定了记录要及时、真实,不允许凭追忆事后补填或抄填。

5.6.3 对在记录表中无内容可填的空白栏,本条规定用“—”标记,不允许留下空白。

5.6.4、5.6.5 第 5.1.1 条规定原始数据不得涂改,但有些时候,由于各种原因,发现数据错误,也必须进行修改,在这种情况下,本条规定了:如需修改数据,应在此数据上画一横线,在其上方或空白处写出正确数据。如需改正的内容较多,可用框线画出,在框边处填写“作废”两字,并将正确值填写在其上方。所有的改动处均应有更改人签名或盖章,并由另一人签字证明。上述修改规则和程序目前在兵器工业的企业都采用,而且已形成制度。

5.6.6 对于有特异情况和有必要说明的问题,本条规定在备注栏内或记录表旁进行记录。

5.6.7 本条对可疑数字保留规则进行了规定。

5.6.8 在监测分析过程中,试验测定和计算得出的各种数值,需要修约时,除另有规定者外,应按《数值修约规则与极限数值的表示和判定》GB/T 8170 要求执行。

5.6.9 废水监测一个重要的特点就是通过从水环境(总体)中抽取部分样品的测量和研究,推断、评价水环境所具有的特性。样品测定过程中,误差总是存在的,在实际分析中并不能得到准确无误的真值,而只能做出相对准确的估计,所以,定量分析的结果都必然带有不确定度,需要对实验所得的数据进行处理,判断其最可能值及其可靠性如何。

本条规定,数据处理首先应根据标准方法、规范的要求,而且是必要的。在进行监测数据运算时,必须遵循修约规则,注意保护重要参数,尽量减少运算次数,减少计算误差。在一组监测数据中,由于实验条件和实验方法的变化或在实验操作中出现过失或产生于计算、记录中的失误,有时,个别数据与正常数据有显著性差异,此类数据为离群数据或异常数据。对异常数值的取舍,本条做出了相应规定:在数据处理时,发现异常数据不得轻易剔除,应按照《数据的统计处理和解释 正态样本异常值的判断和处理》GB 4883 对异常值进行判断和处理。这样做是为了确保监测工作的质量。

5.7 有效数字及近似计算

5.7.1 本条是对有效数字近似计算所做的规定。

5.7.2 本条对数字“0”在什么条件下是有效数字做了规定。数字“0”,当它用于指示小数点的位置而与测量的准确度无关时,不是有效数字;当它用于表示与测量准确程度有关的数值大小时,即为有效数字。这与“0”在数值中的位置有关。例如:

1 “0”在数字前,仅起定位作用,“0”本身不是有效数字;

2 数字中间的“0”是有效数字;

3 “0”在数字后面的是有效数字;

4 以“0”结尾的整数,有效数字的位数难以判断,在此情况下,应根据测定值的准确度改写为指数形。

5.7.3 一个分析结果的有效数字位数,主要取决于原始数据的正确记录和数值的正确计算。在记录测量值时,要同时考虑到计量器具的精密度和准确度,以及测量仪器本身的读数误差。对检定合格的计量器具,有效位数可以记录到最小分度值,最多保留一位不确定数字(估计值)。以实验室最常用的计量器具为例:

1 用万分之一天平(最小分度值为 0.1mg)进行称量时,有效数字可以记录到小数点后面第四位,如称取 1.2235g,此时有效数字为五位;称取 0.9254g,则为四位有效数字。

2 用玻璃量器量取体积的有效数字位数是根据量器的容量允许差和读数误差来确定的。如单标线 A 级 50mL 容量瓶,准确容积为 50.00mL;单标线 A 级 10mL 移液管,准确容积为 10.00mL,有效数字均为四位;用分度移液管或滴定管,其读数的有效数字可达到其最小分度后一位,保留一位不确定的数字。

3 分光光度计最小分度值为 0.005,因此,吸光度一般可记到小数点后第三位,且其有效数字位数最多只有三位。

4 带由计算机处理系统的分析仪器,往往根据计算机自身的设定打印或显示结果,可以有很多位数,但这并不增加仪器的精度和数字的有效位数。

5 在一系列操作中,使用多种计量仪器时,有效数字以最少的一种计量仪器的位数表示。

5.7.4 本条规定了表示精密度的有效数字的取舍规则。

5.7.5 本条规定了分析结果有效数字所能达到的数位不得超过方法检出限的有效数字所能达到的数位。如方法的检出限为 0.02mg/L,则分析结果报 0.088mg/L 就不合理,应报 0.09mg/L。

5.7.6 本条规定了各种测量、计算的数值需修约时,应按《数值修约规则与极限数值的表示和判定》GB/T 8170 进行修约,即按“四舍六入五余进,奇进偶舍”的规则修约。

“四舍六入五余进,奇进偶舍”,即当尾数不大于 4 时,舍去;尾数不小于 6 时进位;当尾数为 5 时,则应视保留的末位数是奇数还是偶数,5 前为偶数应将 5 舍去,5 前为奇数则将 5 进位。

负数修约时,先将它的绝对值按上述规定进行修约,然后在修约值前面加符号。

5.7.7 本条是对某些倍数、分数、不连续物理量的数目,以及不经测量而完全根据理论计算或定义得到的数值的有效数字近似计算所做的规定。

5.8 校准曲线的制作

5.8.1 本条是对制作校准曲线用的容器和量器所做的规定。

5.8.2 本条是对校准曲线制作条件和方法所做的规定。一般情况下,校准曲线制作一般应按样品测定的相同操作步骤进行,但经过实验证实,标准溶液系列在省略部分操作步骤时,直接测量的响应值与全部操作步骤具有一致结果时,可允许省略操作步骤。

5.8.3 校准曲线是描述待测物质浓度或量与相应测量仪器的响应量或其他指示量之间定量关系的曲线。某方法标准曲线的直线部分所对应的待测物质浓度或量的变化范围,称为该方法的线性范围。按分析方法步骤,通过校准曲线的制作,确定本实验室条件下的测定上限和下限,使用时只能用实测的线性范围,不得将校准曲线任意外延。

本条规定了制作校准曲线时,包括零浓度点在内的浓度点不少于 6 个,而且各浓度点应较均匀地分布在该方法的线性范围内。

5.8.4 废水监测中,经常遇到相互间存在一定联系的变量,如工业废水中生化需氧量与化学耗氧量之间以及分光光度法中某种待测物质与相应的吸光度之间等均有一定的相关关系,通过回归分

析,可以确立各因素变量间的关系,建立回归方程、计算相关系数,进而修正公式参数,提高监测结果的准确度,本条规定了一般情况下,可用线性回归分析方法评价和度量分光光度法中某种被测物质的浓度与相应的吸光度等之间相关关系的密切程度,并对用线性回归方程计算校准曲线的相关系数、截距和斜率以及用线性回归方程计算结果时的相关系数做出了相应规定。

5.8.5 本条是对石墨炉原子吸收分光光度法、原子荧光法、等离子发射光谱法、气相色谱法、离子色谱法等方法制作标准曲线,在不同相关系数下,检查测量信号与测定浓度线性关系所采用的方法做出的规定。

5.8.6 本条是对校准曲线相关系数的取舍所做的规定。校准曲线相关系数只舍不入,保留到小数点后出现非 9 的一位,如 0.99989→0.9998。

5.9 监测结果的表示方法

5.9.1 本条规定了在废水监测项目中,污染物浓度单位的表示方法。

5.9.2 本条规定了平行双样测定结果在允许偏差范围之内时,测定结果的表示方法。

5.9.3 本条规定了测定结果高于分析方法检出上限或低于检出下限时,检出结果的表示方法。

5.9.4 本条规定了平行样和一组测量值的精密度的表示方法。

5.9.5 本条规定了测定结果准确度的表示方法。

6 实验室管理

6.1 一般规定

- 6.1.1 本条规定了实验室分析人员上岗条件。
- 6.1.2 本条规定了实验室测试区域地理位置要求,并应符合环保、健康、安全的要求。
- 6.1.3 本条规定了实验室用水规格和制备方法。
- 6.1.4 本条规定了实验试剂选择依据。
- 6.1.5 本条规定了危险化学品试剂购买、贮存与管理要求。

6.2 实验室分析基础条件

6.2.1 实验室是获得监测结果的关键部门,要使监测质量达到规定水平,必须要有合格的实验室和合格的监测分析人员。本条对实验室分析人员应具备的条件做了 4 项规定。

实验室的监测分析人员的能力和 experience 是保证监测分析质量的首要条件,随着现代分析仪器的应用,对人员的专业水平要求更高,实验室应按合理比例配备高、中、初级技术人员,各自承担相应的监测分析任务。实验室的监测分析人员应具有一定的事业心和钻研实干精神,有一定的监测分析方面的知识和一定的操作技能,并能比较熟练地解决分析测试的技术难题。企业应对监测分析人员进行业务技术培训,包括水环境监测的基础理论和方法、标准法规和制度、新技术和新方法、计量学基本知识等。

6.2.2 实验室科学管理是分析工作质量保证的重要基础,而良好的实验室环境是做好水质监测分析的基础条件与保证。实验室应有一个整洁、安全的操作环境,通风良好、布局合理。做到相互干扰的监测项目不在同一实验室内操作。对可产生刺激性、腐蚀性

有毒气体的实验操作应在通风柜内进行。分析天平应设置专室，做到避光、防震、防尘、防腐蚀性气体和避免对流空气。化学试剂贮藏室必须防潮、防火、防爆、防毒、避光和通风。固体试剂和酸类、有机类等液体试剂应隔离存放。实验室要符合环保、健康、安全的要求，当环境条件可能影响监测结果的准确性和有效性时，必须停止监测。

6.2.3 本条对实验室纯水做出了两项规定。首先，实验室纯水在感官上应为无色透明的液体，其中不得有肉眼可辨的颜色及纤絮杂质；其次，实验室纯水是以饮用水或比较干净的水为原料，按一定方式制备而成，如原料水有污染或空白达不到要求，就必须进行纯化处理。

实验室纯水一般分为三个等级：一级水、二级水和三级水。一级水用于制备标准水样或超痕量物质的分析，基本不含有溶解或胶态离子杂质及有机物，可由二级水经蒸馏、离子交换混合床和 $0.2\mu\text{m}$ 过滤膜过滤或用石英装置经进一步蒸馏制得。二级水用于精确分析和科学研究，可含微量的无机、有机或胶态杂质，可采用蒸馏、反渗透或离子交换后再进行蒸馏等方法制备。三级水适用于一般实验室工作，可用蒸馏、反渗透、离子交换等方法制备。国家在《分析实验室用水规格和试验方法》GB/T 6682—2008中对实验室用水规格和制备方法都做出了明确的规定，我们在工作中应遵循这些规定。

6.2.4 实验器皿通常所指常用玻璃仪器（如烧杯、试剂瓶、滴定管、量筒、冷凝管、干燥器、容量瓶、比色管、分液漏斗、表面皿、称量瓶等）、常用化学瓷器（如蒸发皿、坩埚、研钵、布氏漏斗、点滴板、白瓷板等）和其他器皿（如水浴锅、铁三脚架、石棉网、万能夹等）。可根据分析方法的需要进行选择。

在进行监测分析前，必须将所需用的玻璃仪器仔细洗净。洗涤的容器内壁应能被水均匀湿润而无条纹及水珠。玻璃仪器在使用完后，要洗净备用。玻璃仪器要分门别类存放，经常使用的玻璃

仪器放在贮存柜明显的地方,可以随时取用,高、大的仪器要放在里面,并尽量倒置,即可以自然控干,又能防尘,柜内隔板上衬垫干净的白纸,柜门要严密防尘。

6.2.5 在实际分析工作中,对试剂的要求一般应具有一定的品级规格和纯度,并需具备各种杂质成分最高含量的分析数据,以供选择和参考。化学试剂的规格分为一级品,为保证试剂、优级纯,代号 CR,用绿色标志。二级品为分析试剂、分析纯,代号 AR,用红色标志。三级品为化学纯,代号 CP,用蓝色标志。化学试剂的纯度不足,是分析结果误差的主要来源之一,需予以足够的重视。在实际工作中,虽需选用纯度较高的试剂,但也不可过分强调这一方面,在不影响分析结果准确度的前提下,应选择级别较低的试剂,以减少不必要的浪费。本条对化学试剂的使用与一般性管理做出了 4 项规定。

6.3 危险化学品试剂的储存与管理

6.3.1~6.3.5 本节是专门针对化学试剂危险品的储存与管理制定的强制性规定。危险品是指受光、热、空气、水或撞击等外界因素的影响,可能引起燃烧、爆炸的药品,或具有强腐蚀性、剧毒性的药品。化学试剂危险品按危害性质分为五类:

1 易爆炸试剂:如 2,4,6 三硝基苯酚、三硝基甲苯、六硝基二苯胺、迭氮化钠等,这类物品的性质是遇高热、摩擦、撞击等,引起剧烈化学反应,放出大量气体和热量,产生猛烈爆炸。因此,储存方法必须是单独存放。如库存量不大或包装符合安全储存条件时,也可与毒害性试剂同库分区储存。

2 硝酸盐类、氯酸盐类、亚硝酸盐类、过氧化物类以及三氧化铬、五氧化二碘过硫酸钾等都属于氧化性试剂。氧化性试剂具有强烈氧化性,遇酸、受热,与有机物、易燃品、还原剂等混合时,因反应引起燃烧或爆炸。因此,本规范规定:对氧化性试剂应根据其类别,采取分区、隔离或单独储存。其中,硝酸钾、亚硝酸钠应单独储

存,或与硝酸盐同库分区储存,但必须与硝酸铵、过氧化钠等氧化剂隔离存放;硝酸铵应单独存放;无机过氧化物、硝酸盐、氯酸盐类应隔离存放。

3 易燃性试剂又分为易燃气体试剂、遇水燃烧试剂、自燃试剂、易燃液体试剂和易燃固体试剂五种类型。易燃气体试剂因撞击、受热引起燃烧。与空气按一定比例混合,则会爆炸,因此,在储存方式上可同库储存,应注意通风;如为钢瓶气,不得在实验室存放;遇水燃烧试剂遇水剧烈反应,产生可燃气体并放出热量,此反应热会引起燃烧,因此,本规范规定连二亚硫酸钠宜单独存放,与钠、钠汞齐、钾、钙等应隔离存放。钠汞齐、钾、钙可同库存放;钾、钠应保存于煤油中;自燃试剂则在适当温度下被空气氧化,放热,达到燃点则引起自燃,因此,宜分别单独储存,保存于水中;易燃液体试剂的特点是沸点低,易挥发,遇火则燃烧,甚至引起爆炸,因此,要求可同库储存,但应保存于阴凉处,远离热源,不得有明火;易燃固体试剂燃点低,受热、摩擦、撞击或遇氧化剂,可引起剧烈连续燃烧、爆炸,储存方式可为同库储存。

4 毒害性试剂因其具有剧毒,少量侵入人体(误食或接触伤口)引起中毒,甚至死亡的性质,在储存方式上可同库但必须分区储存。剧毒品应设专架、专柜储存,专人保管,现用现领,用后的剩余量不论是液体还是固体都应交回保管人,应建立使用登记制度。库存量不大时,一般液体毒品应与一般易燃液体同库分区储存;一般固体毒品可与一般固体易燃品同库分区储存。

5 腐蚀性试剂通常包括无机类、无机酸类、有机酸类和碱类试剂,这类试剂具有强腐蚀性,触及物品造成腐蚀、破坏,触及人体皮肤,引起化学烫伤的性质,因此,本规范对腐蚀性试剂做出了 6 项规定。

S/N: 1580242·438



9 158024 243802 >



统一书号: 1580242·438

定 价: 12.00 元