



宁夏东吴农化股份有限公司

2024 年污染源自行监测方案



2024 年 1 月

一、企业基本情况

1. 企业名称：宁夏东吴农化有限公司

2. 法人代表：吴根龙

3. 联系方式：

4. 地 址：青铜峡工业园区中央大道一号

5. 生产规模：年产 3 万吨硝酸胍及 2 万吨新型超细硝基胍生产装置、年产 6000t 咪唑烷生产装置。年产 5000 吨甲基硝基胍、5000 吨恶二嗪生产装置。年产 2 万吨（有机肥、有机无机复混肥、生物菌肥）生产装置。年产 200 吨三氮唑嘧啶酮装置。日处理 1000 吨污水处理装置。

6. 环保手续履行情况：

宁夏东吴农化股份有限公司年产 8000t 硝基胍生产线和年产 6000 咪唑烷生产线，于 2015 年 7 月 31 日以“青环发[2015]64 号”文对项目进行了验收批复；于 2015 年建设四效浓缩蒸发装置，利用咪唑烷废水浓缩提取咪唑烷产品，浓缩溶液生产有机无机复合肥或提取硫酸铵副产品出售，于 2015 年 8 月 5 日以“青环发[2015]164 号”文对项目进行了验收批复；2023 年一月年产 8000t 硝基胍生产线停产拆除。

年产 2000 吨氰基乙酯、5000 吨甲基硝基胍、5000 吨恶二嗪项目。于 2014 年 12 月在青铜峡市工业和商务局备案（备案文号：青工业商务备案[2014]31 号）。于 2016 年 9 月委托宁夏特莱斯环保科技有限公司编制完成了《宁夏东吴农化股份有限公司年产 2000 吨氰基乙酯、5000 吨甲基硝基胍、5000 吨恶二嗪项目环境影响报告书》，2016 年 10 月 19 日通过青铜峡市环境保护局审批，审批文号：青环发[2016]251 号。

宁夏东吴农化股份有限公司于 2016 年 12 月正式委托宁夏特莱斯环保科技有限公司编制完成“宁夏东吴农化股份有限公司硫酸钙项目”的现状环境影响评估报告，2016 年 12 月 29 日经吴忠市环境保护局批准，审批文号：吴环函[2016]335 号。2023 年 11 月年产 2000 吨氰基乙酯装置拆除。

年产 3 万吨硝酸胍及 2 万吨新型超细硝基胍产品提升示范工程项目，青铜峡市发展和改革局于 2019 年 7 月备案同意建设，于 2021 年 9 月委托宁夏北国润清生态环境咨询有限公司编制完成了《宁夏东吴农化股份有限公司年产 3 万吨硝酸胍及 2 万吨新型超细硝基胍产品提升示范工程项目环境影响报告书》。2019 年 12 月 25 日，吴忠市环境保护局以吴环审[2019]144 号批复了环评报告表。计划 2022 年 2 月试生产，2022 年 6 月完成环保验收。

年产 200 吨三氮唑嘧啶酮项目，青铜峡市发展和改革局于 2021 年 1 月备案同意建设，于 2021 年 9 月委托宁夏北国润清生态环境咨询有限公司编制完成了《宁夏东吴农化股份有限公司年产 200 吨三氮唑嘧啶酮项目环境影响报告书》。2022 年元月 12 日，吴忠市环境保护局以青环审发[2022]012 号批复了环评报告。计划 2022 年 4 月试生产，2022 年 6 月完成环保验收。

宁夏东吴农化股份有限公司是成立于 2012 年 06 月 06 日，注册资本 4000 万元，专业从事农药中间体、医药中间体等产品生产的企业主体。公司占地面积 200 亩，拥有员工 400 多人，其中技术人员 40 余人，产品市场占有率达到 20%~30%，东吴农化利用宁夏当地单氰胺、双氰胺、硝酸铵、酸、碱、煤炭、电力和其他基础原料的价格和运输优势，主要从事硝酸胍、硝基胍、咪唑烷、甲基硝基胍、噁二嗪、三氮唑嘧啶酮、复合肥、硫酸钙等化工产品的生产和销售。

二、检测依据

- 1、《大气污染物综合排放标准》（GB16297-1996）
- 2、《工业企业厂界环境噪声排放标准》（GB12348-2008）
- 3、《工业炉窑大气污染物排放标准》（GB9078-1996）
- 4、《恶臭污染物排放标准》（GB14554-93）
- 5、《排污单位自行监测技术指南 总则》（HJ819-2017）
- 6、《排污单位自行监测技术指南 农药制造业》（HJ987-2018）
- 7、《环境空气质量手工监测技术规范》（HJ 194-2017）
- 8、《污水综合排放标准》（GB8978-1996）
- 9、《国家危险废物名录》（环境保护部令 第 39 号）
- 10、《农药制造业大气污染物排放标准》（GB 39727—2020）
- 11、相关国家污染物排放标准，监测技术规范、监测方法标准

三、污染源及治理措施

1、污染源废气及处理设施

（1）硝酸胍废气；

硝酸胍生产工序缩合反应过程中产生工艺废气，主要成分为氨气、少量氮氧化物等，产生工艺废气经引风机管道抽气后送入水喷淋净化塔处理，处理后送入尾气集中治理后经 20m 高的排气筒排放。硝酸胍冷却过程中产生废气，主要成分为颗粒物等、冷却废气经旋风除尘器收集除尘后经引风机送入布袋除尘经 15m 高的排气筒排放。

精致硝酸胍水洗过程中产生工艺废气，主要成分为氨气，产生水洗废气经引风机管道抽气后送入水喷淋净化塔处理后送入尾气集中治理后经 20m 高的排气筒排放。精致硝酸胍烘干过程中产生废气，主要成分为颗粒

物等、烘干废气经布袋除尘收集后经引风机管道抽气后经 15m 高的排气筒排放。

(2) 超细硝基胍废气；

超细硝基胍生产工序反应过程中产生工艺废气，主要成分为硫酸雾等，产生工艺废气经引风机管道抽气后送入两级碱水喷淋净化塔处理后送入尾气集中治理后经 20m 高的排气筒排放。

(3) 咪唑烷废气；

咪唑烷生产工序反应过程中产生工艺废气，主要成分为氨气、氯化氢、乙二胺（已非甲烷总烃）等产生工艺废气经引风机管道抽气后送入三级酸水喷淋净化塔处理后送入尾气集中治理后经 20m 高的排气筒排放。咪唑烷烘干过程中产生废气，主要成分为颗粒物等、烘干废气经布袋除尘收集除尘后经引风机管道抽气后经 15m 高的排气筒排放。

(4) 甲基硝基胍工序废气

甲基硝基胍工序生产过程中缩合釜反应产生工艺废气，主要为氨气；工艺废气经引风机管道抽气后送入两级酸喷淋净化塔处理后经 15m 高的排气筒排放；烘干工段产生烘干废气，主要为产品粉尘颗粒物，烘干废气经布袋除尘器处理后经 15m 高的排气筒排放。

(5) 恶二嗪废气

恶二嗪工序反应釜中环合和中和过程产生工艺废气，主要为甲醛、氨气；生产工艺废气经引风机管道抽气后送入酸喷淋塔处理后送入尾气集中治理后经 20m 高的排气筒排放。烘干工段产生烘干废气，主要为产品粉尘颗粒物；烘干废气经布袋除尘器处理后经一级洗气塔清洗后经 15m 高的排

气筒排放；

(6) 有机肥配料工序产生的粉尘

原料腐殖酸在配料过程中产生少量粉尘，产生的粉尘颗粒物采用布袋除尘器处理后经 15m 高的排气筒排放。

(7) 热风炉产生的烟气

热风炉用于造粒干燥工序干燥用热，燃料为煤，燃烧产生的污染物有烟尘、SO₂、NO_x。热风炉产生的污染物经“旋风除尘器+文丘里洗涤塔+一二级洗涤+三、四级洗涤+重力净化塔+湿式静电气溶胶除尘器+活性炭吸附+低温等离子净化器”处理后，通过 30m 高的排气筒排放。

(8) 三氮唑嘧啶酮项目废气

三氮唑嘧啶酮项目生产废气主要为氨气、氯化氢、甲醇、VOCs 尾气、车间工艺废气及无组织废气收集后通过“冷凝+二级水吸收+二级碱吸收+二级活性炭吸附”处理后通过车间 15m 高排气筒排放。

(9) 无组织废气

无组织废气主要为罐区的无组织废气、包装粉尘、煤场及灰渣粉尘、污水处理站排放的恶臭。采用封闭式污水处理站，减少恶臭气体的无组织排放。包装工序设置在车间内，包装过程中产生少量的粉尘通过车间上方轴流风机无组织排放。煤、渣在转运过程中产生粉尘，通过采取对煤场、渣场加湿、避免在大风天气装卸、封闭式煤渣场等措施，减少无组织粉尘的排放。

2、废水污染源及处理设施

废水为生活污水和生产废水。经化粪池处理后的生活污水排入调节池与生产废水混合进入污水处理站处理。废水处理达标后排入园区污水管网，最终进入青铜峡新材料基地污水处理厂。污水处理站采用“调节池+UASB

厌氧池+一段 AO 生化池+中间沉淀池+二段 AO 生化池+高效混凝沉淀法”工艺，规模为 1000m³/d。污水站调节池、厌氧池、厌氧沉淀池产生的硫化氢、氨气、甲烷废气经引风管回收送入两级清洗塔净化后经 15 米排放口排放。

3、噪声

主要噪声源为各类泵、风机等设备的机械噪声。针对不同噪声源，通过选用低噪声设备，采用防振、隔声、消声、合理布局等治理措施，降低噪声对周边环境的影响。

4、固废

①产生的危险废物主要是三氮唑嘧啶酮生产过程中产生的蒸馏及反应残余物及废气治理的活性炭、污水处理站污泥及废气治理的活性炭。其中，三氮唑嘧啶酮生产过程中产生的蒸馏及反应残余物及废气治理的活性炭、污水处理站污泥及废气治理的活性炭暂存到危废暂存间定期交由宁夏上峰萌生环保科技有限公司，宁夏金塔有色环保科技有限公司处置。危废暂存间的危废释放的氨气、废气经回收管道送入两级活性炭过滤罐和一级洗气塔净化后经 15 米高排放口排放。

②产生的一般固废主要为生活垃圾、废包装袋、热风炉产生的灰渣。生活垃圾产生垃圾收集后，由环卫部门统一处置。布袋除尘器收集的粉尘集中收集后回用于生产。废包装袋收集后外售综合利用。燃煤灰渣外售作为水泥厂配料综合利用。

5、污染物评价标准

表 3-1 评价标准一览表

监测点位	监测指标	排放限值	执行标准
硝酸胍吸收塔废气+ 硝基胍吸收塔废气+	氨	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放标准》（GB 39727—2020）表 1
	氯化氢	30 mg/m ³	

咪唑烷吸收塔废气+ 超细硝基胍吸收塔废气+ 恶二嗪吸收塔废气+ 精致硝酸胍洗气塔废气进入 集中治理排放口	甲醛	5 mg/m ³	大气污染物排放限值	
	乙二胺（以非 甲烷总烃计）	100 mg/m ³		
	氮氧化物	120 mg/m ³	《大气污染物综合排放标准》 （GB16297-1996）表 2 中二级标 准	
		1. 3kg/h		
硫酸雾	45 mg/m ³			
	2. 6kg/h			
甲基硝基胍吸收塔排放口	氨	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》（GB 39727—2020）表 1 大气污染物排放限值	
污水站洗气塔排放口	硫化氢	5 mg/m ³		
	氨气	30 mg/m ³		
	非甲烷总烃	100 mg/m ³		
	臭气浓度	2000（无量纲）	《恶臭污染物排放标准》 （GB14554-93）表 2 标准	
危废暂存间洗气塔排放口	氨气	30 mg/m ³	农药制造工业大气污染物排放标 准》（GB 39727—2020）表 1 大 气污染物排放限值	
	非甲烷总烃	120 mg/m ³	《大气污染物综合排放标准》 （GB16297-1996）表 2 中二级标 准	
		10kg/h		
	臭气浓度	2000（无量纲）	《恶臭污染物排放标准》 （GB14554-93）表 2 标准	
硝酸胍冷却工序排放口	颗粒物	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》（GB 39727—2020）表 1 大气污染物排放限值	
精制硝酸胍烘干工序排放口	颗粒物	30 mg/m ³		
咪唑烷烘干工序排放口	颗粒物	30 mg/m ³		
恶二嗪烘干工序排放口	颗粒物	30 mg/m ³		
甲基硝基胍烘干工序排放口	颗粒物	30 mg/m ³		
有机肥配料工序排放口	颗粒物	120 mg/m ³		
热风炉废气处理设施总排口	颗粒物	120 mg/m ³	《工业炉窑大气污染物排放标准》 （GB9078-1996）二级标准	
	二氧化硫	550 mg/m ³		
	氮氧化物	240 mg/m ³	《大气污染物综合排放标准》 （GB16297-1996）表 2 中二级标 准	
	硫化氢	1. 3kg/h	《恶臭污染物排放标准》 （GB14554-93）表 2 标准	
	氨	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》（GB 39727—2020）表 1 大气污染物排放限值	
	甲醛	5 mg/m ³		
	甲醇	50 mg/m ³	《石油化学工业污染物排放标准》 （GB31571-2015）表 6 限值要求	
		臭气浓度	10500（无量纲）	《恶臭污染物排放标准》 （GB14554-93）表 2 标准
		挥发性有机物 （以非甲烷总	80 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》（GB 39727—2020）表 1

	烃计)		大气污染物排放限值
三氮唑嘧啶酮吸收装置排放口	氨	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放标准》(GB 39727—2020)表1 大气污染物排放限值
	颗粒物	30 mg/m ³	
	挥发性有机物 (VOCs, 以非 甲烷总烃计)	150 mg/m ³	
	氯化氢	30 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放标准》(GB 39727—2020)表1 大气污染物排放限值
	甲醇	50 mg/m ³	《石油化学工业污染物排放标准》 (GB31571-2015)表6限值要求
厂界噪声 (厂界外1米处)	噪声	昼间 65 (dB) 夜间 55 (dB)	《工业企业厂界环境噪声排放标准》 (GB12348-2008)表1工业企业 厂界环境噪声限值3类
无组织排放废气	颗粒物	1.0 mg/m ³	《大气污染物排放标准》 (GB16297-1996)表2无组织排 放限值
	甲醇	12 mg/m ³	
	甲醛	2.4 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》(GB 39727—2020)表3 企业边界大气污染物排放限值
	臭气浓度	20 (无量纲)	《恶臭污染物排放标准》 (GB14554-93)表1中二级标准
	氨	1.5 mg/m ³	
	硫化氢	0.06 mg/m ³	
	氯化氢	0.20 mg/m ³	《农药制造工业大气污染物排放 标准》(GB 39727—2020)表3 企业边界大气污染物排放限值
	硫酸雾	1.2 mg/m ³	《大气污染物排放标准》 (GB16297-1996)表2无组织排 放限值
挥发性有机物 (以非甲烷总 烃计)	4.0 mg/m ³		
废水	pH	6-9	《污水综合排放标准》 (GB8978-1996)表4三级排放标 准
	化学需氧量	500 (mg/L)	
	氨氮	60 (mg/L)	
	总氮	--	
	五日生化需氧量	300 (mg/L)	
	悬浮物	400 (mg/L)	
	石油类	100 (mg/L)	
	色度	--	
	挥发酚	2.0 (mg/L)	
	总氰化物	1.0 (mg/L)	
	苯胺类	5.0 (mg/L)	
	硝基苯类	5.0 (mg/L)	

	氯苯	1.0 (mg/L)	
	苯	0.5 (mg/L)	
	甲苯	0.5 (mg/L)	
	甲醛	5.0 (mg/L)	
	氟化物	20 (mg/L)	
	硫化物	1.0 (mg/L)	
	动植物油	100 (mg/L)	
	总磷	--	
土壤	pH	--	《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》 (GB36600—2018)表 1、表 2 筛选 值第二类用地
	汞	38mg/kg	
	镉	65mg/kg	
	铬	5.7mg/kg	
	砷	60mg/kg	
	铅	800mg/kg	
	镍	900mg/kg	
	锌	--	
	氟化物	135mg/kg	
	苯	4mg/kg	
	甲苯	1200mg/kg	
	氯苯	70mg/kg	
	铜	18000mg/kg	
	银	--	
	铍	29mg/kg	
	钴	70mg/kg	
	铬(六价)	5.7mg/kg	
地下水	pH	6.5 ≤ PH ≤ 8.5	《地下水质量标准》 (GB/T14848-2017) III类标准
	氨氮	≤ 0.50mg/L	
	色度	≤ 15	
	硝酸盐	≤ 20.0mg/L	
	亚硝酸盐	≤ 1.00mg/L	
	挥发酚类	≤ 0.002mg/L	
	氟化物	≤ 0.05mg/L	
	总硬度	≤ 450mg/L	
	耗氧量	≤ 3.0mg/L	
	六价铬	≤ 0.05mg/L	
	砷	≤ 0.01mg/L	
	汞	≤ 0.001mg/L	
	溶解性总固体	≤ 1000mg/L	
	硫酸盐	≤ 250mg/L	
	氯化物	≤ 250mg/L	
	铅	≤ 0.01mg/L	
	氟化物	≤ 1.0mg/L	
镉	≤ 0.005mg/L		

	铁	≤0.3mg/L
	锰	≤0.10mg/L
	铜	≤1.00mg/L
	锌	≤1.00mg/L
	总大肠菌群	≤3.0MPN/100ml
	硫化物	≤0.02mg/L
	LAS	≤0.3mg/L
	铍	≤0.002mg/L
	银	≤0.05mg/L
	镍	≤0.02mg/L
	钴	≤0.05mg/L
	K ⁺	≤mg/L
	Na ⁺	≤mg/L
	Mg ²⁺	≤mg/L
	Ca ²⁺	≤mg/L
	CO ₃ ²⁻	≤mg/L
	HCO ₃ ⁻	≤mg/L
	Cl ⁻	≤mg/L
	SO ₄ ²⁻	≤mg/L

四、监测点位、内容及监测频次

表 4-1 监测点位、内容及监测频次计划表

监测点位及排污口编号	监测方式	监测内容	监测频次
硝酸胍吸收塔废气+ 硝基胍吸收塔废气+ 咪唑烷吸收塔废气+ 超细硝基胍吸收塔废气+ 噁二嗪吸收塔废气+ 精致硝酸胍洗气塔废气进入 集中治理排放口 (DA019)	手工监测	氨、氯化氢、氮氧化物、硫酸雾、 甲醛	每季度一次 (每次 3 个频次)
		乙二胺 (以非甲烷总烃计)	每月度一次 (每次 4 个频次)
甲基硝基胍吸收塔排放口 (DA008)	手工监测	氨	每季度一次 (每次 3 个频次)
硝酸胍冷却工序排放口 (DA001)	手工监测	颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
精制硝酸胍烘干工序排放口 (DA015)	手工监测	颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
咪唑烷烘干工序排放口 (DA004)	手工监测	颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
噁二嗪烘干工序排放口 (DA010)	手工监测	颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
甲基硝基胍烘干工序排放口 (DA012)	手工监测	颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
有机肥配料工序排放口	手工监测	颗粒物	每季度一次

(DA011)			(每次 3 个频次)
热风炉废气处理设施总排口 (DA002)	手工监测	挥发性有机物(以非甲烷总 烃计)	每月度一次 (每次 3 个频次)
		颗粒物、二氧化硫、氮氧化 物	每季度一次 (每次 3 个频次)
		硫化氢、甲醇、甲醛、臭气 浓度、氨	每半年一次 (每次 3 个频次)
	在线监测	颗粒物、二氧化硫、氮氧化 物	实时监测
污水站洗气塔排放口 (DA018)	手工监测	硫化氢、氨气、非甲烷总烃	每季度一次 (每次 3 个频次)
	手工监测	臭气浓度	每年一次 (每次 3 个频次)
危废暂存间洗气塔排放口 (DA013)	手工监测	氨、非甲烷总烃	每季度一次 (每次 3 个频次)
	手工监测	臭气浓度	每年一次 (每次 3 个频次)
三氮唑嘧啶酮废气吸收装置 总排口 (DA016)	手工监测	氨、氯化氢、甲醇、挥发性 有机物(以非甲烷总烃计)、 颗粒物	每季度一次 (每次 3 个频次)
	手工监测		
厂界噪声 (厂界外 1 米处)	手工监测	噪声	每季度一次 每次监测昼、夜间
无组织排放废气 (设置 4 个监测点位, 上风 向 1 个对照点, 下风向 3 个 监测点)	手工监测	臭气浓度、氨、氯化氢、硫 化氢、甲醇、硫酸雾, 颗粒 物、非甲烷总烃	每半年监测一次 (每个点位每次 4 个频次)
		甲醛	每季度监测一次 (每个点位每次 4 个频次)
废水总排口 (DW001)	在线监测	pH、化学需氧量、氨氮	实时监测
	手工监测	悬浮物、石油类、色度、总 磷	每月一次(每次 3 个频次)
		pH、五日生化需氧量、化学 需氧量、氨氮、总氮、挥发 酚、总氰化物、苯胺类、硝 基苯类、氯苯、苯、甲苯、 甲醛	每季度一次(每次 3 个频次)
		氟化物、硫化物、动植物油	每半年一次(每次 3 个频次)
	咪唑烷	无检测方法	

土壤(厂区外设 1 个对照点, 在厂内生活区、污水处理站、危废暂存间区域、氰基乙酯生产装置区、硫酸钙生产装置区、有机肥生产装置区、苯并呋喃酮生产装置区各布设 1 个监测点, 在罐区、硝基胍生产装置区各布设 2 个监测点), 共 11 个点位	手工监测	铬(六价)、铜、银、铍、钴、pH、汞、镉、铬、砷、铅、镍、锌、氰化物、苯、甲苯、氯苯	每年监测 1 次
地下水(3 口监测井)	手工监测	阴离子表面活性剂、硫化物、铍、银、镍、钴、K ⁺ 、Na ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、CO ₃ ²⁻ 、HCO ₃ ⁻ 、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 离子浓度、pH、氨氮、硝酸盐、亚硝酸盐、挥发酚类、氰化物、砷、汞、六价铬、总硬度、铅、氟化物、镉、铁、锰、铜、锌、溶解性总固体、高锰酸盐指数(耗氧量)、硫酸盐、氯化物、总大肠菌群、色度	每年监测 2 次

五、废气检测分析方法、样品的采集和保存、质量控制措施

1、废气分析及监测仪器

(1) 有组织废气手工监测

表 5-1 监测仪器一览表

监测因子	仪器名称	型号	生产厂家
颗粒物	自动烟尘烟气综合测试仪	ZR-3260	青岛众瑞智能仪器有限公司
二氧化硫	自动烟尘烟气综合测试仪	ZR-3260	青岛众瑞智能仪器有限公司
氮氧化物	自动烟尘烟气综合测试仪	ZR-3260	青岛众瑞智能仪器有限公司
氨	环境空气颗粒物综合采样器	ZR-3920 A	青岛众瑞智能仪器有限公司
硫酸雾	环境空气颗粒物综合采样器	ZR-3920 A	青岛众瑞智能仪器有限公司
氯化氢	环境空气颗粒物综合采样器(大气、TSP)	ZR-3922 D	青岛众瑞智能仪器有限公司
甲醛	环境空气颗粒物综合采样器(大气、TSP)	ZR-3922 D	青岛众瑞智能仪器有限公司
甲醇	环境空气颗粒物综合采样器(大气、TSP)	ZR-3922 D	青岛众瑞智能仪器有限公司
硫化氢	环境空气颗粒物综合采样器	ZR-3920 A	青岛众瑞智能仪器有限公司

表 5-2 废气污染物分析方法一览表

监测项目	分析方法	方法来源	分析仪器
颗粒物	重量法	《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》(GB16157-1996) 及其修改单/《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》(HJ836-2017)	CP114 电子天平
氮氧化物	定电位电解法	《固定污染源废气 氮氧化物的测定 定电位电解法》(HJ 693-2014)	ZR-3260 自动烟尘(气)测试仪
二氧化硫	定电位电解法	《固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法》(HJ/T 57-2017)	ZR-3260 自动烟尘(气)测试仪
氨	纳氏试剂分光光度法	《环境空气和废气氨的测定 纳氏试剂分光光度法》(HJ 533-2009)	7230G 可见分光光度计
硫酸雾	离子色谱法	《固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法》(HJ544-2016)	CIC-D160 离子色谱仪
甲醛	乙酰丙酮分光光度法	《空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法》(GB/T15516-1995)	7230G 可见分光光度计
氯化氢	离子色谱法	《固定污染源 氯化氢的测定 硝酸银容量法》(HJ548-2016)	容量分析
甲醇	变色酸比色法	《环境空气空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)	7230G 可见分光光度计
非甲烷总烃	气相色谱法	《固定污染源废气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 气相色谱法》(HJ 38-2017)	SP-3420A 型 气相色谱仪
硫化氢	亚甲基蓝分光光度法	《环境空气空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)	7230G 可见分光光度计
臭气浓度	三点比较式臭袋法	《环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法》(HJ 1262-2022)	注射器 铝箔采样袋

(2) 无组织废气手工监测

检测分析方法及使用仪器见表 5-3。

表 5-3 检测分析方法及使用仪器表

项目	分析方法	最低检出限	单位	分析方法依据	使用仪器
氨	纳氏试剂分光光度法	0.010	mg/m ³	《环境空气和废气氨的测定》HJ533-2009	7230G 分光光度计

颗粒物	重量法	0.001	mg/m ³	《环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法》(HJ1263-2022)	ZR-3920A 环境空气颗粒物综合采样器
硫化氢	亚甲基蓝分光光度法	0.001	mg/m ³	《空气和废气监测分析方法》(第四版) 国家环境保护总局(2003年)	7230G 分光光度计
臭气浓度	三点比较式臭袋法	10	无量纲	《空气质量 恶臭的测定 三点比较式臭袋法》GB/T14675-93	注射器 铝箔采样袋
氯化氢	离子色谱法	0.02	mg/m ³	《环境空气 氯化氢的测定 离子色谱法》(HJ549-2016)	CIC-D160 离子色谱仪
硫酸雾	离子色谱法	0.005	mg/m ³	《固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法》(HJ544-2016)	CIC-D160 离子色谱仪
非甲烷总烃	气相色谱法	0.07	mg/m ³	《环境空气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 直接进样-气相色谱法》(HJ604-2017)	SP-3420A 气相色谱仪
甲醇	变色酸比色法	0.3	mg/m ³	《空气和废气监测分析方法》(第四版) 国家环境保护总局(2003年)	7230G 可见分光光度计
甲醛	乙酰丙酮分光光度法	0.5	mg/m ³	《空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法》(GB/T 15516-1995)	7230G 可见分光光度计

2. 废气样品采样和保存

废气手工检测，采样点、采样环境、采样高度、样品的采集、保存、运输和分析方法按照相关污染物排放标准及《固定污染源排气中颗粒物和气态污染物采样方法》(GB/T16157-1996)、《固定源废气监测技术规范》(HJ/T 397-2007)、《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T 55-2000)及相应的监测分析方法中有关规定执行。

(一) 有组织采样位置与采样点的设置

a) 采样位置避开对测试人员操作有危险的场所。

b) 优先选择在垂直管段，避开烟道弯头和断面急剧变化的部位。采样位置设置在距弯头、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。采样断面的气流速度最好在 5m/s 以上。在选定的测定位置上开设采样孔，采样孔的内径应不小于 80mm，采样孔管长应不大于 50mm。不使用时用盖板、管堵或管帽封闭。当采样孔仅用于采集气态污染物时，其内径应不小于 40mm。对正压下输送高温或有毒气体的烟道，应采用带有闸板阀的密封采样孔。对圆形烟道，采样孔应设在包括各测点在内的互相垂直的直径线上。对矩形或方形烟道，采样孔应设在包括各测点在内的延长线上。

c) 测试现场空间位置有限，很难满足上述要求时，可选择比较适宜的管段采样，但采样断面与弯头等距离至少是烟道直径的 1.5 倍，并应适当增加测点的数量和采样频次。

d) 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，但应避免涡流区。如果同时测定排气流量，采样位置仍按上述要求选取选取。

e) 必要时应设置采样平台，采样平台应有足够的工作面积使工作人员安全、方便地操作。平台面积应不小于 1.5m²，并设有 1.1m 高的护栏和不低于 10cm 的脚部挡板，采样平台的承重应不小于 200kg/m²，采样孔距平台面约为 1.2m~1.3m。

(二) 无组织采样位置与采样点的设置

a) 参照点设置：环境中的某些污染物具有显著的本底或称背景值，因

此无组织排放源下风向监控点的污染物浓度，其中一部分由本底或背景值作出贡献，另一部分由被测无组织排放源作出贡献。所以，设置参照点的原则要求是参照点应不受或尽可能少受被测无组织排放源的影响。参照点要力求避开其近处的其他无组织排放源和有组织排放源的影响，尤其要注意避开那些可能对参照点造成明显影响而同时对监控点无明显影响的排放源，参照点的设置，要以能够代表监控点的污染物本底浓度为原则。

按照 GB/T16157-1996 的原则，参照点最好设置在被测无组织排放源的上风向，以排放源为圆心，以距排放源 2m 和 50m 为圆弧，与排放源成 120° 夹角所形成的扇形范围内设置，即是设置参照点的适宜范围。

平均风速等于或大于 1m/s 时，由被测排放源排出的污染物一般只能影响其下风向，故参照点可在避开近处污染源影响的前提下，尽可能靠近被测无组织排放源设置，以使参照点可以较好的代表监控点的本底浓度值。

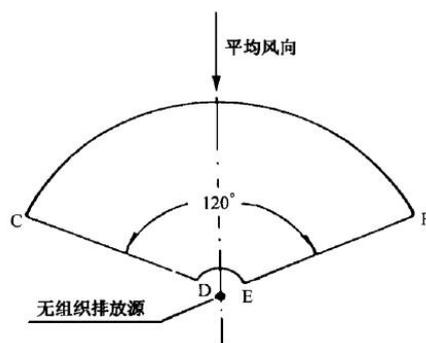


图 5-1 参照点设置

b) 监控点设置：设置监控点的原则要求是由大气污染物综合排放标准中的附录和其他有关部分提出的，即要求设置监控点于无组织排放源下风向，距排放源范围内的浓度最高点。设置监控点时不需要回避其他源的影响。

在无特殊因素影响的情况下，监控点应设置在被测无组织排放源的下风向，尽可能靠近排放源处（距排放源最近不得小于 2m ），4 个监控点要

设置在平均风向轴线两侧，与被测源形成的夹角不超出风向变化的标准差（ $\pm S^\circ$ ）的范围。

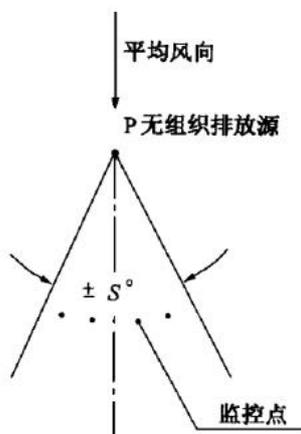


图 5-2 监控点设置

c) 无组织排放监测的采样频次：

无组织排放监控点的采样，一般采用连续 1 小时采样计平均值。

若污染物浓度过低，需要时可适当延长采样时间；

如果分析方法的灵敏度高，仅需用短时间采集样品时，实行等时间间隔采样，在 1 小时内采集 4 个样品计平均值。

无组织排放参照点的采样应同监控点的采样同步进行，采样时间和采样频次均应相同。

为了捕捉监控点浓度最高的时间分布，每次监测安排的采样时间可多于 1 小时。

（三）采样及样品保存方法

类别	点位名称	检测项目	采样容器	采集或保存方法	保存期限
有组织废气	硝酸胍吸收塔 废气+	氯化氢	冲击式吸收瓶	串联吸收液连续 1 小时采样，采样过程中保持采样管保温夹套温度为 120℃，避免水汽于吸收瓶之前凝结	/
	硝基胍吸收塔 废气+				
	咪唑烷吸收塔 废气+	氨	多孔玻板吸	尽快分析或 2-5℃保存	7d

超细硝基胍吸收塔废气+ 恶二噁吸收塔废气+ 精致硝酸胍洗气塔废气进入 集中治理排放口 (DA019)		收瓶		
	氮氧化物	采样管	采样管前端尽量靠近排气筒中心位置	/
	硫酸雾	冲击式吸收瓶	串联吸收瓶在烟尘采样器后, 连续采样 1 小时, 吸收瓶用聚乙烯管密封	0-4°C 冷藏密封保存 30d
	甲醛	多孔玻板吸收管	避光, 2-5°C 贮存	2d
	非甲烷总烃	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
甲基硝基胍吸收塔排放口 (DA008)	氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
硝酸胍冷却工序排放口 (DA001)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
精制硝酸胍烘干工序排放口 (DA015)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
咪唑烷烘干工序排放口 (DA004)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
噁二噁烘干工序排放口 (DA010)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
甲基硝基胍烘干工序排放口 (DA012)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
有机肥配料工序排放口 (DA011)	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/

热风炉废气处理设施总排口 (DA002)	挥发性有机物(以非甲烷总烃计)	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
	颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
	二氧化硫	采样管	将测定仪采样管前端置于排气筒中采样点, 堵严采样孔, 启动抽气泵, 以规定的采样流量取样测定	/
	氮氧化物	采样管	采样管前端尽量靠近排气筒中心位置	/
	硫化氢	大型气泡吸收管	避光采样	8h
	氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
	甲醇	多孔玻板吸收管	串联吸收液, 以 0.5L/min 流量, 采气 20L	/
	甲醛	多孔玻板吸收管	避光, 2-5°C 贮存	2d
污水站洗气塔排放口 (DA018)	硫化氢	大型气泡吸收管	避光采样	8h
	氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
	挥发性有机物(以非甲烷总烃计)	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
危废暂存间洗气塔排放口 (DA013)	氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
	挥发性有机物(以非甲烷总烃计)	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
三氮唑嘧啶酮废气吸收装置总排口 (DA016)	氯化氢	冲击式吸收瓶	串联吸收液连续 1 小时采样, 采样过程中保持采样管保温夹套温度为 120°C, 避免水汽于吸收瓶之前凝结	/
	甲醇	多孔玻板吸收管	串联吸收液, 以 0.5L/min	/

			收管	流量, 采气 20L	
		颗粒物	滤筒或滤膜/超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
		氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
		挥发性有机物(以非甲烷总烃计)	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
无组织废气	厂界	氯化氢	冲击式吸收瓶	滤膜置于滤膜夹, 串联 2 支吸收液与空气采样器连接	/
		甲醇	多孔玻板吸收管	串联吸收液, 以 0.5L/min 流量, 采气 20L	/
		颗粒物	超低浓度排放进口石英滤膜(47mm)	采集的样品应放在不与被测物产生化学反应的玻璃或其他容器内	/
		挥发性有机物(以非甲烷总烃计)	气袋或玻璃注射器	常温避光保存, 尽快分析完毕	气袋: 48h 玻璃注射器: 8h
		硫化氢	大型气泡吸收管	避光采样	8h
		氨	多孔玻板吸收瓶	尽快分析或 2-5°C 保存	7d
		硫酸雾	石英纤维滤膜	采样后的滤膜对折放入干净纸袋或滤膜盒中保存	0-4°C 冷藏 密封保存 30d
		甲醛	多孔玻板吸收管	避光, 2-5°C 贮存	2d

3. 废气监测过程质量控制及质量保证

监测仪器按照国家有关标准或技术要求经过计量部门检定合格并在有效期内使用, 监测人员持证上岗, 监测前对使用的仪器均进行漏气检验和流量校正, 监测过程中的质量保证措施按国家环保总局颁发的《环境监测质量保证管理规定》(暂行)、《废气无组织监测技术导则》(HJ/T55-2000)

的要求进行，实施全程质量保证。

（一）监测期间质量控制和质量保证措施

（1）监测期间，环保设施运行正常，生产稳定，满足现场监测要求。

（2）按技术规范要求合理布设监测点位，保证了各监测点位布设的科学性和可比性。

（3）颗粒物采样前、后平衡及称量时，应保证环境温度和环境湿度条件一致。应避免对称量造成的影响。保证同一称量部件在采样前后称量为同一天平。采样时，采样断面最大流速和最小流速比不应大于 3:1，现场应及时清理采样管，减少样品玷污。

（4）氯化氢样品每批至少测定2个实验室空白和2个全程序空白。吸收瓶的吸附效率应 $\geq 80\%$ ，即第二支吸收瓶所收集的组分应小于第一支吸收瓶的25%，否则应调整流量或采样时间重新采样。

（5）用定电位电解法烟气分析仪对烟气二氧化硫、氮氧化物等测试，在仪器显示浓度值变化趋于稳定后读数，读数完毕将采样探头取出，至于环境空气中，清洗传感器至仪器读数在 $20\text{mg}/\text{m}^3$ 以下时，再将采样探头插入烟道进行第二次测试，在测试完全结束后，将仪器置于干净的环境空气中，继续抽气吹扫传感器，直至仪器显示值复合说明要求后再关机。

（6）无组织监测设置监控点于无组织排放源下风向，厂界外 10m 设置 3 个监控点成扇形分布，与被测源形成的夹角不超出风向变化的标准差（ $\pm S^\circ$ ）的范围。

（7）在无组织排放源上风向厂界外 10m 设置对照点 1 个。

（8）大气采样器在进入现场前对采样器流量、流速等参数进行校核；所有大气采样器均符合国家计量要求，均在检定和校准有效期内。

（9）全部项目采集全程序空白样。

（10）用吸收液采样的项目，在现场采样时，每批留采样管不采样，

并与其它样品管一起分析。

(11) 用镊子将玻璃纤维滤膜装入相应滤膜夹，并安装相应的切割头，待采样前工作准备充分，开启仪器，进行采样设置、校零，然后进行采样；采集吸收瓶样品时，链接采样管与吸收瓶的导管尽可能短。

(12) 采样完毕后，将吸收液与滤膜分别收好，详细记录仪器状态显示数据，如：时间、地点、序号、采样体积、标况体积、气压、气温、仪器型号。

(13) 滤膜的保存：采样结束后打开采样头，用镊子轻轻取下滤膜，采样面向里，将滤膜对折，放入号码相同的滤膜袋中。取滤膜时，如发现滤膜损坏，或滤膜上尘的边缘轮廓不清晰、滤膜安装歪斜等，表示采样时漏气，则本次采样作废，需重新采样。

(14) 采样结束后，立即封闭样品瓶两端，尽快送实验室进行分析，在样品运送和保存期间，注意避光和控温。如氨的样品保存：必要时于2-5℃下冷藏，可贮存一周。

(15) 所有监测人员持证上岗。

(16) 各种采样仪器均经有关计量检定部门检定合格，每次采样前，对采样仪器采样泵流量进行标定。

(二) 实验室分析质量控制和质量保证措施

(1) 现场采样和实验室样品有交接记录。

(2) 实验室质控措施：采取实验室空白、20%平行双样、10%加标回收、明码质控样等控制措施。严格按照方法标准要求进行，所有质控样均要在质控范围内，加标回收率合格。

(3) 实验室分析严格按照国家环保部规定的方法标准进行实验室测定。

(4) 滤膜的称量在恒温恒湿的天平室内进行，且保持采样前和采样后

称量条件一致。

(5) 受体样品称重时放入玻璃培养皿中，盖好盖，避免滤膜静电场干扰称重的精度。

(6) 有机和无机滤膜在烘烤、灼烧后放入干燥器中平衡 48 小时以上，进行充分的干燥平衡。

(7) 采样后放入干燥器进行等时间的干燥平衡，去除水分对称重的影响。

(8) 实验室前处理及分析所用试剂的纯度严格按照分析方法要求选用，实验室用水满足分析方法要求，所使用的标准物质均可溯源，从环境保护部标准样品研究所购置，使用时一般先配制标准贮备液，临用前稀释配制标准使用液；标准贮备液在标准间冷藏，标准样品保存方法和保存期严格执行有关规定。

(三) 数据处理的质量控制和质量保证措施

(1) 实验室内分析完毕，保证数据的完整性：各种原始数据齐全，除监测数据外还包括质控数据，如校正仪器数据，实验室分析时空白样品、平行样、加标样、密码样测定结果及数量；其他资料如生产设施、净化设施运行状况或参数，原、辅原材料用量、品质、来源等；风向、风速等气象资料。

(2) 处理时间的及时性：及时处理数据，发现问题，及时复测，避免数据的代表性差、可靠性低。

(3) 处理方法的规范性：按照同一的方法处理数据。

(4) 计算的准确性：仔细计算、严格复审，加强责任心，并按有关规定和要求进行数据审核。

(5) 测量数据严格实行了三级审核制度，经过校对、校核，最后由技术负责人审定，保证验收监测分析结果的准确性、可靠性。

六、噪声检测分析方法、质量保证及质量控制

1、分析及检测仪器

表 6-1 噪声监测仪器信息表

监测因子	仪器名称	型号	生产厂家
等效声级法	多功能声级计	AWA6228	杭州爱华仪器有限公司
仪器校准	声校准器	AWA6221A	

表 6-2 噪声污染物分析方法一览表

项目名称	监测方法	方法来源	分析仪器	仪器校准有效期
噪声	等效声级法	GB12348-2008	多功能声级计 AWA6228	2022.11.25 -2023.11.24

2、测量方法

测量仪器和校准仪器应定期检定合格，并在有效使用期限内使用；每次测量前、后必须在测量现场进行声学校准，其前、后校准示值偏差不得大于 0.5dB，否则测量结果无效。测量时传声器加防风罩。

测量仪器时间计权特性设为“F”挡，采样时间间隔不大于 1s。测量应在无雨雪、无雷电天气，风速为 5m/s 以下时进行。不得不在特殊气象条件下测量时，应采取必要措施保证测量准确性，同时注明当时所采取的措施及气象情况。测量应在被测声源正常工作时间进行，同时注明当时的工况。

根据工业企业声源、周围噪声敏感建筑物的布局以及邻的区域类别，在工业企业厂界四周各布设 1 个监测点，其中包括距噪声敏感建筑物较近以及受被测声源影响大的位置。一般情况下，测点选在工业企业厂界外 1m、高度 1.2m 以上、距任一反射面距离不小于 1m 的位置。

当厂界有围墙且周围有受影响的噪声敏感建筑物时，测点应选在厂界

外 1m、高于围墙 0.5m 以上的位置。当厂界无法测量到声源的实际排放状况时(如声源位于高空、厂界设有声屏障等)，除在厂界外设置监测点，同时在受影响的噪声敏感建筑物户外 1m 处另设测点。

分别在昼间、夜间两个时段测量。夜间有频发、偶发噪声影响时同时测量最大声级。被测声源是稳态噪声，采用 1min 的等效声级。被测声源是非稳态噪声，测量被测声源有代表性时段的等效声级，必要时测量被测声源整个正常工作时段的等效声级。

3、质量保证

噪声监测按照《工业企业厂界噪声测量方法》（GB12349-2008）中规定的要求进行。监测时使用经计量部门检定，并在有效使用期内的声级计，声级计在测试前后用标准声源进行校准，测量前后仪器的灵敏度相差不大于 0.5dB，若大于 0.5dB 测试数据无效。

七、废水检测分析方法、质量保证及质量控制

（一）手工监测

表 7-1 废水分析项目及方法表

监测项目	分析方法	方法检出限 (mg/L)	方法来源	分析仪器
PH	玻璃电极法	0.01	《水质 pH 值的测定 玻璃电极法》（HJ1147-2020）	PHS-3E PH 计
氨氮	纳氏试剂分光光度法	0.025	《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》（HJ535-2009）	7230G 分光光度计
化学需氧量	重铬酸钾法	4	《水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法》（HJ828-2017）	KAS-108COD 标准微晶消解器
五日生化需氧量	稀释与接种法	2	《水质 五日生化需氧量 (BOD5) 的测定 稀释与接种法》（HJ505-2009）	SPX-250BIII 生化培养箱
悬浮物	重量法	4	《水质 悬浮物的测定 重量法》（GB11901-89）	CP114 电子天平
石油类	红外分光光度法	0.06	《水质 石油类和动植物的测定 红外分光光度法》	OIL460 红外测油仪

		HJ637-2018		
色度	稀释倍数法	2	《水质 色度的测定 稀释倍数法》HJ1182-2021	/
挥发酚	4-氨基安替比林分光光度法	0.01	《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》(HJ503-2009)	7230G 分光光度计
总氰化物	异烟酸-巴比妥酸分光光度法	0.001	《水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法》(HJ484-2009)	7230G 分光光度计
苯胺类	N-(1-萘基)乙二胺偶氮光度法	0.03	《水质 苯胺类化合物的测定 N-(1-萘基)乙二胺偶氮光度法》(GB/T11889-1989)	7230G 分光光度计
硝基苯类	气相色谱法	0.000017-0.00022	《水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》(HJ648-2013)	6890N 气相色谱仪
氯苯	气相色谱法	0.012	《水质 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ621-2011)	6890N 气相色谱仪
苯	气相色谱法	0.0004	《水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ639-2012)	6890N 气相色谱仪
甲苯	气相色谱法	0.0003		
甲醛	乙酰丙酮分光光度法	0.05	《水质 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法》(HJ601-2011)	7230G 分光光度计
氟化物	离子色谱法	0.006	《水质 无机阴离子(F ⁻ 、Cl ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、Br ⁻ 、NO ₃ ⁻ 、PO ₄ ³⁻ 、SO ₃ ²⁻ 、SO ₄ ²⁻)的测定 离子色谱法》HJ84-2016	CIC-D160 离子色谱仪
硫化物	亚甲基蓝分光光度法	0.005	《水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法》(HJ1226-2021)	7230G 分光光度计
总氮	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法	0.05	《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(HJ 636-2012)	752N 紫外可见分光光度计
动植物油	红外分光光度法	0.06	《水质 石油类和动植物的测定 红外分光光度法》HJ637-2018	OIL460 红外测油仪
总磷	钼酸铵分光光度法	0.01	《水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB/T11893-1989)	7230G 分光光度计

(二) 水质采样和保存

现场水质采样、保存按照《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）、《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定》（HJ493-2009）技术规范相关要求进行，采样位置设置在污水混合均匀的位置，在采样断面的中心，在水深大于 1m 时，在表层下 1/4 深度处采样，水深小于或等于 1m 时，在水深的 1/2 处采样。

（1）样品采集

采样前要认真检查采样器具、样品容器及其瓶塞（盖），及时维修并更换采样工具中破损和不牢固的部件。样品容器确保已盖好，减少污染的机会并安全存放。用于微生物等组分测试的样品容器在采样前应保证包装完整，避免采样前造成容器污染。到达监测点位，采样前先将采样容器及相关工具排放整齐。对照监测方案采集样品。采样时去除水面的杂物、垃圾等漂浮物，不可搅动水底部的沉积物。

采样前先用水样荡涤采样容器和样品容器 2~3 次。按照监测项目的分析方法要求，对不同的监测项目选用合适的容器、加入保存剂，采集水样体积须满足分析要求，采样完成后在每个样品容器上贴上标签，标签内容包括样品编号或名称、采样日期和时间、监测项目名称等，同步填写现场记录。采样结束后，核对监测方案、现场记录与实际样品数，如有错误或遗漏，应立即补采或重采。如采样现场未按监测方案采集到样品，应详细记录实际情况。

注：石油类采样前不能荡洗采样器具和样品容器；pH 值、石油类、生化需氧量在不同时间采集的水样不能混合测定；石油类须单独采集储存；生化需氧量采集时须注满容器；pH 值在现场测定。

（2）样品保存与运输

样品采集后应尽快送实验室分析，并根据监测项目所采用分析方法的要求确定样品的保存方法，确保样品在规定的保存期限内分析测试。样品运输前将容器的外（内）盖盖紧，用泡沫塑料等减震材料分隔固定，以防破损，避免日光照射，同一采样点的样品装在同一样品箱内，运输前核对现场采样记录上的所有样品是否齐全，有专人负责样品运输。样品采集完

毕后直接运送至实验室，不与其他样品交叉存储，杜绝水样沾污，24h内不能分析完毕样品加固定剂冷藏保存。污水监测项目的采样和水样保存要求见表。

现场监测人员与实验室接样人员进行样品交接时，清点和检查样品，并在交接记录上签字。样品交接记录内容包括交接样品的日期和时间、样品数量和性状、测定项目、保存方式、交样人、接样人等。

表 7-2 水质监测项目的采样和水样保存要求

序号	项目	采样容器 ¹	采集或保存方法	保存期限 ²	建议采样量 ³ (ml)	容器洗涤方法	备注
1	pH 值	P 或 G		12h	250	I	尽量现场测定
2	悬浮物	P 或 G	冷藏 ^a ，避光	14d	500	I	
3	挥发酚	G	H ₃ PO ₄ ，pH 约为 2，用 0.01-0.02g 抗坏血酸除去残余氯	24h	1000		
4	五日生化需氧量	溶解氧瓶	冷藏 ^a ，避光	12h	250	I	
		P	-20℃ 冷冻	30d	1000		
5	化学需氧量	G	H ₂ SO ₄ ，pH≤2	2d	500	I	
		P	-20℃ 冷冻	30d	100		最长 60d
6	氨氮	P 或 G	H ₂ SO ₄ ，pH≤2	24h	250	I	
7	石油类	G	HCl，pH≤2	7d	500	II	
8	动植物油	G 溶剂（如戊烷）萃取	用 HCl 或 H ₂ SO ₄ pH 1-2	1m	1000	现场萃取不能用水样冲洗采样容器，不能水样充满容器	
9	总氰化物	P 或 G	NaOH，pH≥9，1-5℃ 冷藏	7d	250	I	如硫化物存在，保存 12h
10	硫化物	P 或 G	水样充满容器。1L 水样加 NaOH 至 pH 约为 9，加入 5% 抗坏血酸 5ml，饱和 EDTA 3ml，滴加饱和 Zn (AC) ₂ 至胶体产生，常温蔽光	24h	250	I	
11	总氮	P 或 G	H ₂ SO ₄ ，pH≤2	7d	250	I	

		P	-20℃ 冷冻	30d	500		
12	苯胺类	G	4℃	14d	500		
13	硝基苯类	G	若水中有余氯则 1 L 水样加入 80 mg 硫代硫酸钠	7d	1000	I	
14	氯苯	G	水样充满容器, 并加盖瓶塞, 不得有气泡。冷藏	7d	1000	I	
15	苯	G	水样充满容器, 并加盖瓶塞, 4℃ 以下冷藏	14d			
16	甲苯						
17	甲醛	G	加入 0.2-0.5 g/L 硫代硫酸钠除去残余氯; 1-5℃ 避光保存	24h	250	I	
18	氟化物	P (聚四氟乙烯除外)	冷藏 ^a , 避光	14d	250		
19	色度	P 或 G		12h	250	I	尽量现场测定
20	总磷	P 或 G	HCl, H ₂ SO ₄ , pH≤2	24h	250	IV	
		P	-20℃ 冷冻	30d	250		

注 1: P 为聚乙烯瓶等材质塑料容器, G 为硬质玻璃容器。

注 2: h: 小时; d: 天。^a 冷藏温度范围为: 0~5℃。

注 3: 每个监测项目的建议采样量应保证满足分析所需的最小采样量, 同时考虑重复分析和质量控制等的需要。

I, II, III, IV 表示四种洗涤方法。如下:

I: 洗涤剂洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。对于采集微生物和生物的采样容器, 须经 160℃ 干热灭菌 2h。经灭菌的微生物和生物采样容器必须在两周内使用, 否则应重新灭菌。经 121℃ 高压蒸汽灭菌 15min 的采样容器, 如不立即使用, 应于 60℃ 将瓶内冷凝水烘干, 两周内使用。细菌检测项目采样时不能用水样冲洗采样容器, 不能采混合水样, 应单独采样 2h 后送实验室分析。

II: 洗涤剂洗一次, 自来水洗二次, (1+3)HNO₃ 荡洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。

III: 洗涤剂洗一次, 自来水洗二次, (1+3)HNO₃ 荡洗一次, 自来水洗三次, 去离子水洗一次。

IV: 铬酸洗液洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。如果采集污水样品可省去用蒸馏水、去离子水清洗的步骤。

(三) 质量控制

检测全过程中, 为保证检测数据准确、可靠, 在水样的采集、保存、实验室分析和数据处理的全过程中均按照《环境水质监测质量保证手册(第二版)》的要求进行。检测分析方法采用国家有关部门颁布的标准分析方法, 所有检测仪器均经过法定计量单位检定。实验室分析中采取自控和他控措施。自控平行双样测定率大于10%, 他控平行密码样测定率为10%以上,

监测期间采集全程序空白样品，与样品同时送至实验室进行分析。

1. 质量保证

监测人员、监测仪器与设备设施等按RB/T214、HJ630、HJ/T373等相关内容执行。监测人员严格执行环境监测技术规范。监测所用仪器、量器经计量部门检定合格或分析人员进行校准。

2. 采样质量控制

(1) 基本要求

对不同的监测项目，按选用分析方法中的要求采集质量控制样品。采样前，保存剂应进行空白试验，其纯度和等级须达到分析的要求；采样器具和样品容器质量进行抽检，抽检合格方可使用。

(2) 全程序空白样品

按分析方法中的要求采集全程序空白样品，空白测定值应满足分析方法中的要求，一般应低于方法检出限。如分析方法中未明确，每批次水样均应采集全程序空白样品，与水样一起送实验室分析，以判断分析结果的准确性，掌握全过程操作步骤和环境条件对样品的影响。

(3) 现场平行样品

按分析方法中的要求采集现场平行样品。如分析方法中未明确，对均匀样品，凡能做平行双样（除现场监测项目、悬浮物、石油类）的监测项目也应采集现场平行样品，每批次水样应采集不少于10%的现场平行样品（自动采样除外），样品数量较少时，每批次水样至少做1份样品的现场平行样品。当现场平行样品测定结果差异较大时，应对水样进行复核，检查采样和分析过程对结果的影响。

3. 实验室分析质量控制

(1) 实验室空白样品

每批次水样分析时，空白样品对被测项目有响应的，至少做2个实验室空白，测定结果应满足分析方法中的要求，一般应低于方法检出限。对出现空白值明显偏高时，应仔细检查原因，以消除空白值偏高的因素。

(2) 校准曲线控制

监测项目的校准曲线（包括工作曲线和标准曲线）控制指标按照分析方法中的要求确定。用校准曲线定量分析时，仅限在其线性范围内进行，同时须检查校准曲线的相关系数、斜率和截距是否正常，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。校准曲线需定期核查，不得长期使用，不同实验人员、实验仪器之间不得相互借用。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须与样品测定同时进行。校准曲线相关系数 r 按照分析方法中的要求确定。如分析方法中未规定，应检查测量信号与测定浓度的线性关系，当 $r \geq 0.999$ 时，可用回归方程处理数据；若 $r < 0.999$ ，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。

(3) 标准样品/有证标准物质测定

采用标准样品/有证标准物质作为控制手段，每批样品带一个已知浓度的质控样品，与样品同步测定，且标准样品/有证标准物质不应与绘制标准曲线的标准溶液来源相同。如实验室自行配制质控样，要注意与标准样品/有证标准物质比对，不得使用与绘制校准曲线相同的标准溶液，须另行配制。

八、土壤监测分析方法、质量保证及质量控制

1、手工监测分析方法及分析仪器

表 8-1 土壤监测分析方法（单位：mg/kg）

序号	检测项目	分析方法	方法来源	检测分析仪器
----	------	------	------	--------

序号	检测项目	分析方法	方法来源	检测分析仪器
1	pH (无量纲)	玻璃 电极法	《土壤中 pH 值的测定》(NY/T 1377-2007)	PHS-3E PH 计
2	镉	石墨炉原子吸收分光光度法	《土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(GB/T 17141-1997)	YH-AA2053A H 原子吸收分光光度计
3	铬	火焰原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491-2019)	YH-AA2053A H 原子吸收分光光度计
4	总铅	石墨炉原子吸收分光光度法	《土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(GB/T 17141-1997)	原子吸收分光光度计 YH-AA2053A H
5	总汞	原子荧光光度法	《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第 1 部分：土壤中总汞的测定》(GB/T 22105.1-2008)	原子荧光光度计 AFS200T
6	总镍	火焰原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491-2019)	原子吸收分光光度计 YH-AA2053A H
7	总砷	原子荧光法	《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第 2 部分：土壤中总砷的测定》(GB/T 22105.2-2008)	原子荧光光度计 AFS200T
8	锌	火焰原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491-2019)	原子吸收分光光度计 YH-AA2053A H
9	氰化物	分光光度法	《土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法》(HJ 745-2015)	7230G 分光光度计
10	挥发性有机物(苯、甲	《土壤、沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ	7890B/5975C 气相色谱-质谱	

序号	检测项目	分析方法	方法来源	检测分析仪器
	苯、氯苯)	605-2011)		联用仪
11	六价铬	原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物六价铬的测定 碱溶液提取/原子吸收分光光度法》	YH-AA2053AH 原子吸收分光光度计
12	铜	火焰原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491-2019)	
13	铍	石墨炉原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ 737-2015)	TAS-990G 原子吸收光谱仪
14	钴	火焰原子吸收分光光度法	《土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 1081-2019)	A3F-12 原子吸收分光光度计

2、土壤样品采集及样品保存

a) 采样方法：采样点可采表层样或土壤剖面。一般监测采集表层土，采样深度 0-20cm。样品采集 1kg 左右，装入样品袋，样品袋一般由棉布缝制而成，如潮湿样品可内衬塑料袋或将样品置于玻璃瓶内。采样的同时，由专人填写样品标签、采样记录；标签一式两份，一份放入袋中，一份系在袋口，标签上标注采样时间、地点、样品编号、监测项目、采样深度和经纬度。采样结束后，需逐项检查采样记录、样袋标签和土壤样品，如有缺项和错误，及时补齐更正。将底土和表土按原层回填到采样坑中，方可离开现场，并在采样示意图上标出采样地点，避免下次在相同处采集样品。

b) 样品流转

在采样现场样品必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对，核对无误后分类装箱。运输过程中严防样品的损失、混淆和沾污。对光敏感样品应有避光外包装。由专人将土壤样品送到实验室，送样者和

接样者双方同时清点核实样品，并在样品交接单上签字确认，样品交接单由双方各存一份备查。

实验室分设风干室和磨样室。风干室朝南（严防阳光直射土样），通风良好，整洁，无尘，无易挥发性化学物质。

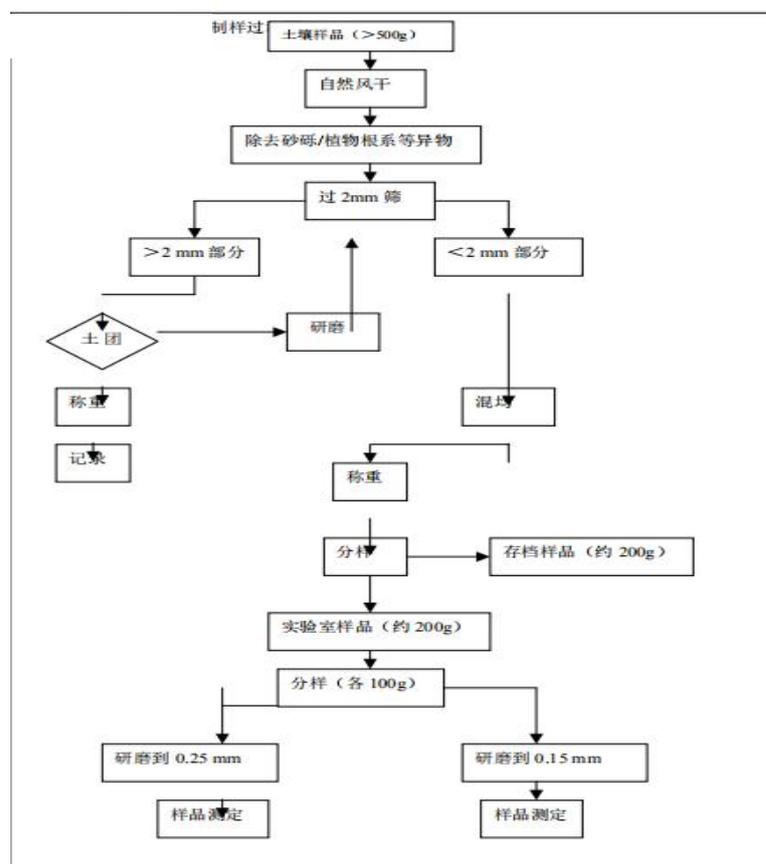


图 8-1 土壤样品制样过程

c) 样品的保存

对于易分解或易挥发等不稳定组分的样品要采取低温保存的运输方法，并尽快送到实验室分析测试。测试项目需要新鲜样品的土样，采集后用可密封的聚乙烯或玻璃容器在 4℃ 以下避光保存，样品要充满容器。避免用含有待测组分或对测试有干扰的材料制成的容器盛装保存样品，测定有机污染物用的土壤样品要选用玻璃容器保存。

预留样品在样品库造册保存。分析取用后的剩余样品，待测定全部完

成数据报出后，也移交样品库保存。分析取用后的剩余样品一般保留半年，预留样品一般保留 2 年。特殊、珍稀、仲裁、有争议样品一般要永久保存。

保持干燥、通风、无阳光直射、无污染；要定期清理样品，防止霉变、鼠害及标签脱落。样品入库、领用和清理均需记录。

测试项目	容器材质	温度 (°C)	可保存时间 (d)	备注
金属(汞和六价铬除外)	聚乙烯、玻璃	<4	180	
汞	玻璃	<4	28	
砷	聚乙烯、玻璃	<4	180	
六价铬	聚乙烯、玻璃	<4	1	
氰化物	聚乙烯、玻璃	<4	2	
挥发性有机物	玻璃(棕色)	<4	7	采样瓶装满装实并密封
半挥发性有机物	玻璃(棕色)	<4	10	采样瓶装满装实并密封
难挥发性有机物	玻璃(棕色)	<4	14	

图 8-2 土壤样品保存条件

3、土壤监测质量保证和质量控制措施

为保证监测数据准确、可靠，在土样的采集、保存、实验室分析和数据处理的全过程中均按照《土壤环境监测技术规范》(HJ/T166-2004)有关要求进行了监测质量控制。

监测分析方法采用国家有关部门颁布的标准分析方法，监测人员均持证上岗，所有仪器均经过计量部门检定。

a) 精密度控制：每批样品每个项目分析时均须做 20% 平行样品；当 5 个样品以下时，平行样不少于 1 个。

由分析者自行编入的明码平行样，或由质控员在采样现场或实验室编入的密码平行样。

平行双样测定结果的误差在允许误差范围之内者为合格。当平行双样测定合格率低于 95%时，除对当批样品重新测定外再增加样品数 10%~20% 的平行样，直至平行双样测定合格率大于 95%。

监测项目	样品含量范围 (mg/kg)	精密度		准确度			适用的分析方法
		室内相对标准偏差 (%)	室间相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)	室内相对误差 (%)	室间相对误差 (%)	
镉	<0.1	±35	±40	75~110	±35	±40	原子吸收光谱法
	0.1~0.4	±30	±35	85~110	±30	±35	
	>0.4	±25	±30	90~105	±25	±30	
汞	<0.1	±35	±40	75~110	±35	±40	冷原子吸收法 原子荧光法
	0.1~0.4	±30	±35	85~110	±30	±35	
	>0.4	±25	±30	90~105	±25	±30	
砷	<10	±20	±30	85~105	±20	±30	原子荧光法 分光光度法
	10~20	±15	±25	90~105	±15	±25	
	>20	±15	±20	90~105	±15	±20	
铜	<20	±20	±30	85~105	±20	±30	原子吸收光谱法
	20~30	±15	±25	90~105	±15	±25	
	>30	±15	±20	90~105	±15	±20	
铅	<20	±30	±35	80~110	±30	±35	原子吸收光谱法
	20~40	±25	±30	85~110	±25	±30	
	>40	±20	±25	90~105	±20	±25	
铬	<50	±25	±30	85~110	±25	±30	原子吸收光谱法
	50~90	±20	±30	85~110	±20	±30	
	>90	±15	±25	90~105	±15	±25	
锌	<50	±25	±30	85~110	±25	±30	原子吸收光谱法
	50~90	±20	±30	85~110	±20	±30	
	>90	±15	±25	90~105	±15	±25	
镍	<20	±30	±35	80~110	±30	±35	原子吸收光谱法
	20~40	±25	±30	85~110	±25	±30	
	>40	±20	±25	90~105	±20	±25	

图 8-3 土壤样品实验室分析允许误差

含量范围 (mg/kg)	最大允许相对偏差 (%)
>100	±5
10~100	±10
1.0~10	±20
0.1~1.0	±25
<0.1	±30

图 8-4 土壤监测平行双样最大允许相对偏差

a) 准确度控制:

每批要带测质控平行双样，在测定的精密度合格的前提下，质控样测定值必须落在质控样保证值（在 95%的置信水平）范围之内，否则本批结果无效，需重新分析测定。

加标回收：当选测的项目无标准物质或质控样品时，可用加标回收实验来检查测定准确度。加标率：在一批试样中，随机抽取 10%~20%试样进行加标回收测定。样品数不足 10 个时，适当增加加标比率。每批同类型试样中，加标试样不应小于 1 个。

加标量：加标量视被测组分含量而定，含量高的加入被测组分含量的 0.5~1.0 倍，含量低的加 2~3 倍，但加标后被测组分的总量不得超出方法的测定上限。加标浓度宜高，体积应小，不应超过原试样体积的 1%，否则需进行体积校正。

合格要求：加标回收率应在加标回收率允许范围之内。加标回收率允许范围见表 13-2。当加标回收合格率小于 70%时，对不合格者重新进行回收率的测定，并另增加 10%~20%的试样作加标回收率测定，直至总合格率大于或等于 70%以上。

标准样品：土壤标准样品是直接用地壤样品或模拟土壤样品制得的一种固体物质。土壤标准样品具有良好的均匀性、稳定性和长期的可保存性。土壤标准物质可用于分析方法的验证和标准化，校正并标定分析测定仪器，使用土壤标准样品时，选择合适的标样，使标样的背景结构、组分、含量水平应尽可能与待测样品一致或近似。如果与标样在化学性质和基本组成差异很大，由于基体干扰，用土壤标样作为标定或校正仪器的标准，有可能产生一定的系统误差。

监测过程中受到干扰时的处理：检测过程中受到干扰时，按有关处理制度执行。一般要求如下：停水、停电、停气等，凡影响到检测质量时，全部样品重新测定。仪器发生故障时，可用相同等级并能满足检测要求的备用仪器重新测定。无备用仪器时，将仪器修复，重新检定合格后重测。

九、地下水监测分析方法、质量保证及质量控制

1. 手工监测

表 9-1 地下水检测分析方法

序号	项目	分析方法	方法来源	分析仪器
1	pH	玻璃电极法	《水质 pH 值的测定 电极法》HJ 1147-2020	PHBJ-260 便携式PH计
2	总硬度	滴定法	《水质 钙和镁总量的测定 EDTA滴定法》(GB/T7477-1987)	容量分析
3	溶解性总固体	称量法	《生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标 8.1溶解性总固体 称量法》(GB/T5750.4-2006)	CP114天平
4	氨氮	纳氏试剂比色法	《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》(HJ535-2009)	7230G分光光度计
5	高锰酸盐指数	酸性高锰酸盐法	《水质 高锰酸盐指数的测定 酸性法》(GB/T11892-1989)	容量分析
6	挥发性酚类	4-氨基安替比林分光光度法	《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》(HJ503-2009)	7230G分光光度计
7	硫化物	亚甲基蓝分光光度法	《水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法》(GB/T 16489-1996)	7230G分光光度计
8	总氰化物	异烟酸-吡唑啉酮光度法	《水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法》(HJ484-2009)	7230G分光光度计
9	总汞	原子荧光光度法	《水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法》(HJ694-2014)	AFS200T原子荧光光度计
10	总砷	原子荧光光度法	《水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法》(HJ694-2014)	AFS200T原子荧光光度计
11	总铅	石墨炉原子吸收后分光光度法	《水和废水监测分析方法》(第四版) 国家环境保护总局 (2002年)	YH-AA2053AH原子吸收分光光度计

12	总镍	火焰原子吸收后分光光度法	《水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 11912-1989)	YH-AA2053A H原子吸收分光光度计
13	石油类	红外分光光度法	《水质 石油类和动植物油的测定 红外分光光度法》(HJ 637-2018)	OIL460红外测油仪
14	硫酸盐(以SO ₄ ²⁻)	离子色谱法	《水质 无机阴离子(F ⁻ 、Cl ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、Br ⁻ 、NO ₃ ⁻ 、PO ₄ ³⁻ 、SO ₃ ²⁻ 、SO ₄ ²⁻)的测定 离子色谱法》(HJ84-2016)	CIC-D160 离子色谱仪
15	氟化物			
16	硝酸盐			
17	亚硝酸盐			
18	氯化物(以Cl ⁻ 计)			
19	六价铬	二苯碳酰二肼分光光度法	《水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法》(GB/T7467-1987)	7230G 分光光度计
20	铁	火焰原子吸收分光光度法	《水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 11911-1989)	YH-AA2053A H原子吸收分光光度计
21	锰		《水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 11911-1989)	
22	铜	原子吸收分光光度法	《水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法》(GB/T 7475-1987)	
23	锌			
24	镉			
25	阴离子表面活性剂	亚甲蓝分光光度法	《水质 阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法》(GB/T7494-1987)	7230G 分光光度计
26	K ⁺	火焰原子吸收分光光度法	《水质 钾和钠的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 11904-1989)	YH-AA2053A H 原子吸收分光光度计
27	Na ⁺			
28	Ca ²⁺	原子吸收分光光度法	《水质 钙和镁的测定 原子吸收分光光度法》(GB/T 11905-1989)	
29	Mg ²⁺			
30	CO ₃ ²⁻	酸碱指示剂滴定法	《水和废水监测分析方法》(第四版)国家环保总局(2002年)	
31	HCO ₃ ⁻			
32	总大肠菌群	多管发酵法	《水和废水监测分析方法》(第四版增补版)国家环境保护总局2002年	SPX-150BE生化培养箱
33	色度	稀释倍数法	《水质 色度的测定 稀释倍数法》HJ1182-2021	/

2. 样品采集

采样方法：

地下水水质监测通常采集瞬时水样。对需测水位的井水，在采样前应先测地下水位。从井中采集水样，必须在充分抽汲后进行，抽汲水量不得少于井内水体积的 2 倍，采样深度应在地下水水面 0.5 m 以下，以保证水样能代表地下水水质。

对封闭的生产井可在抽水时从泵房出水管放水阀处采样，采样前应将抽水管中存水放净。对于自喷的泉水，可在涌口处出水水流的中心采样。采集不自喷泉水时，将停滞在抽水管的水汲出，新水更替之后，再进行采样。采样前，除有机物和细菌类监测项目外，先用采样水荡洗采样器和水样容器 2 ~ 3 次。

测定挥发性有机污染物项目的水样，采样时水样必须注满容器，上部不留空隙。但对准备冷冻保存的样品则不能注满容器，否则冷冻之后，因水样体积膨胀使容器破裂。测定溶解氧的水样采集后应在现场固定，盖好瓶塞后需用水封口。

测定重金属、细菌类等项目的水样应分别单独采样。

各监测项目所需水样采集量须考虑重复分析和质量控制的需要，并留有余地。在水样采入或装入容器后，立即按要求加入保存剂。

采集水样后，立即将水样容器瓶盖紧、密封，贴好标签，标签设计可以根据各站具体情况，一般应包括监测井号、采样日期和时间、监测项目、采样人等。用墨水笔在现场填写《地下水采样记录表》，字迹应端正、清晰，各栏内容填写齐全。采样结束前，应核对采样计划、采样记录与水样，如有错误或漏采，应立即重采或补采。

不得将现场测定后的剩余水样作为实验室分析样品送往实验室。

水样装箱前应将水样容器内外盖盖紧，对装有水样的玻璃磨口瓶应用聚乙烯薄膜覆盖瓶口并用细绳将瓶塞与瓶颈系紧。同一采样点的样品瓶尽量装在同一箱内，与采样记录逐件核对，检查所采水样是否已全部装箱。装箱时应用泡沫塑料或波纹纸板垫底和间隔防震。有盖的样品箱应有“切勿倒置”等明显标志。样品运输过程中应避免日光照射，气温异常偏高或偏低时还应采取适当保温措施。运输时应有押运人员，防止样品损坏或受玷污。样品交接样品送达实验室后，由样品管理员接收。样品管理员对样品进行符合性检查，包括：样品包装、标志及外观是否完好。对照采样记录单检查样品名称、采样地点、样品数量、形态等是否一致，核对保存剂加入情况。

样品是否有损坏、污染：当样品有异常，或对样品是否适合监测有疑问时，样品管理员应及时向送样人员或采样人员询问，样品管理员应记录有关说明及处理意见。样品管理员确定样品唯一性编号，将样品唯一性标识固定在样品容器上，进行样品登记，并由送样人员签字。样品管理员进行样品符合性检查、标识和登记后，应尽快通知实验室分析人员领样。

样品唯一性标识由样品唯一性编号和样品测试状态标识组成。各监测站可根据具体情况确定唯一性编号方法。唯一性编号中应包括样品类别、采样日期、监测井编号、样品序号、监测项目等信息。样品测试状态标识分“未测”、“在测”、“测毕”3种，样品初始测试状态“未测”标识由样品管理员标识。样品唯一性标识应明示在样品容器较醒目且不影响正常监测的位置。在实验室测试过程中由测试人员及时做好分样、移样的样

品标识转移，并根据测试状态及时作好相应的标记。样品流转过程中，除样品唯一性标识需转移和样品测试状态需标识外，任何人、任何时候都不得随意更改样品唯一性编号。分析原始记录应记录样品唯一性编号。

b) 样品保存:

有样品贮存间，用于进站后测试前及留样样品的存放，两者需分区设置，以免淆。样品贮存间应置冷藏柜，以贮存对保存温度条件有要求的样品。必要时，样品贮存间应配置空调。样品贮存间应有防水、防盗和保密措施，以保证样品的安全。样品管理员负责保持样品贮存间清洁、通风、无腐蚀的环境，并对贮存环境条件加以维持和监控。地下水样品变化快、时效性强，监测后的样品均留样保存意义不大，但对于测试结果异常样品、应急监测和仲裁监测样品，应按样品保存条件要求保留适当时间。留样样品应有留样标识。

表 9-2 水质监测项目的采样和水样保存要求

序号	项目	采样容器 ¹	采集或保存方法	保存期限 ²	建议采样量 ³ (ml)	容器洗涤方法	备注
1	pH 值	P 或 G		12h	250	I	尽量现场测定
2	挥发酚	G	H ₃ PO ₄ , pH 约为 2, 用 0.01-0.02g 抗坏血酸除去残余氯	24h	1000		
3	氨氮	P 或 G	H ₂ SO ₄ , pH≤2	24h	250	I	
4	高锰酸盐指数	G	1-5℃暗处冷藏	2d	500	I	尽快分析
		P	20℃冷冻	1m	500		
5	汞	P 或 G	HCl1%, 如水样为中性, 1L 水样中加浓 HCl10ml	14d	250	III	
6	砷	P 或 G	用原子荧光法测定, 1L 水样中加 10ml 浓 HCl	14d	250	III	
7	铅	P 或 G	HNO ₃ , 1%, 如水样为中性, 1L 水样中加浓 HNO ₃ 10ml	14d	250	III	

8	总氰化物	P 或 G	NaOH, pH \geq 9, 1-5 $^{\circ}$ C冷藏	7d	250	I	如硫化物存在, 保存 12h
9	硫化物	P 或 G	水样充满容器。1L 水样加 NaOH 至 pH9, 加入 5%抗坏血酸 5ml, 饱和 EDTA 3ml, 滴加饱和 Zn(Ac) $_2$, 至胶体产生, 常温避光	24h	250	I	
10	铜	P	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml	14d	250	III	
11	锌	P	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml	14d	250	III	
12	氟化物	P (聚四氟乙烯除外)	冷藏 ^a , 避光	14d	250		
13	镉	P 或 G	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml	14d	250	III	
14	六价铬	P 或 G	NaOH, pH8~9	14d	250	酸洗III	
15	色度	P 或 G		12h	250	I	尽量现场测定
16	总硬度	P 或 G	1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml 酸化	14 d	250	II	
17	溶解性总固体	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C冷藏	24h	100		
18	硫酸盐	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C, 避光	30 d	250	I	
19	氯化物	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C, 避光	30 d	250	I	
20	铁、锰	P 或 G	1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml 酸化	14 d	250	III	
21	镍	P 或 G	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml	14d	250	III	
22	阴离子表面活性剂	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C冷藏, 用 H $_2$ SO $_4$ 酸化, pH 1~2	2d	500	IV	不能用溶剂清洗
23	总大肠菌群	灭菌容器 G	1~5 $^{\circ}$ C冷藏	尽快			
24	亚硝酸盐	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C冷藏避光保存	24 h	250	I	
25	硝酸盐	P 或 G	1~5 $^{\circ}$ C冷藏	24 h	250	I	
			用 HCl 酸化, pH 1~2	7 d	250	I	
26	铍	P 或 G	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10 ml	14d	250	酸洗III	
27	银	P 或 G	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 2 ml	14d	250	III	
28	钴	P 或 G	用 HNO $_3$, pH1-2	1m	500		最长 6m
29	钾	P	HNO $_3$, 1L 水样中加浓 HNO $_3$ 10ml	14d	250	酸洗II	
30	钠	P				II	
31	钙	P 或 G				II	
32	镁	P 或 G				酸洗II	

33	CO ₃ ²⁻	G (带聚四氟乙烯薄膜)	水样充满容器。用 H ₂ SO ₄ , pH1-2 如果样品加氯, 采样前 1000ml 样加 80mg Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	7d	500		
34	HCO ₃ ⁻						
<p>注 1: P 为聚乙烯瓶等材质塑料容器, G 为硬质玻璃容器。</p> <p>注 2: h: 小时; d: 天。a 冷藏温度范围为: 0~5℃。</p> <p>注 3: 每个监测项目的建议采样量应保证满足分析所需的最小采样量, 同时考虑重复分析和质量控制等的需要。</p>							
<p>I, II, III, IV 表示四种洗涤方法。如下:</p> <p>I: 洗涤剂洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。对于采集微生物和生物的采样容器, 须经 160℃ 干热灭菌 2h。经灭菌的微生物和生物采样容器必须在两周内使用, 否则应重新灭菌。经 121℃ 高压蒸汽灭菌 15min 的采样容器, 如不立即使用, 应于 60℃ 将瓶内冷凝水烘干, 两周内使用。细菌检测项目采样时不能用水样冲洗采样容器, 不能采混合水样, 应单独采样 2h 后送实验室分析。</p> <p>II: 洗涤剂洗一次, 自来水洗二次, (1+3)HNO₃ 荡洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。</p> <p>III: 洗涤剂洗一次, 自来水洗二次, (1+3)HNO₃ 荡洗一次, 自来水洗三次, 去离子水洗一次。</p> <p>IV: 铬酸洗液洗一次, 自来水洗三次, 蒸馏水洗一次。如果采集污水样品可省去用蒸馏水、去离子水清洗的步骤。</p>							

3. 地下水监测质量控制措施

检测全过程中, 为保证检测数据准确、可靠, 在水样的采集、保存、实验室分析和数据处理的全过程中均按照《环境水质监测质量保证手册(第二版)》的要求进行。检测分析方法采用国家有关部门颁布的标准分析方法, 所有检测仪器均经过法定计量单位检定。实验室分析中采取自控和他控措施。自控平行双样测定率大于10%, 他控平行密码样测定率为10%以上, 监测期间采集全程序空白样品, 与样品同时送至实验室进行分析。

(1) 质量保证

监测人员、监测仪器与设备设施等按RB/T214、HJ630、HJ/T373等相关内容执行。监测人员严格执行环境监测技术规范。监测所用仪器、量器经计量部门检定合格或分析人员进行校准。

(2) 采样质量控制

(a) 基本要求

对不同的监测项目，按选用分析方法中的要求采集质量控制样品。采样前，保存剂应进行空白试验，其纯度和等级须达到分析的要求；采样器具和样品容器质量进行抽检，抽检合格方可使用。

(b) 全程序空白样品

按分析方法中的要求采集全程序空白样品，空白测定值应满足分析方法中的要求，一般应低于方法检出限。如分析方法中未明确，每批次水样均应采集全程序空白样品，与水样一起送实验室分析，以判断分析结果的准确性，掌握全过程操作步骤和环境条件对样品的影响。

(c) 现场平行样品

按分析方法中的要求采集现场平行样品。如分析方法中未明确，对均匀样品，凡能做平行双样（除现场监测项目、悬浮物、石油类）的监测项目也应采集现场平行样品，每批次水样应采集不少于10%的现场平行样品（自动采样除外），样品数量较少时，每批次水样至少做1份样品的现场平行样品。当现场平行样品测定结果差异较大时，应对水样进行复核，检查采样和分析过程对结果的影响。

(3) 实验室分析质量控制

(a) 实验室空白样品

每批次水样分析时，空白样品对被测项目有响应的，至少做2个实验室空白，测定结果应满足分析方法中的要求，一般应低于方法检出限。对出现空白值明显偏高时，应仔细检查原因，以消除空白值偏高的因素。

(b) 校准曲线控制

监测项目的校准曲线（包括工作曲线和标准曲线）控制指标按照分析

方法中的要求确定。用校准曲线定量分析时，仅限在其线性范围内进行，同时须检查校准曲线的相关系数、斜率和截距是否正常，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。校准曲线需定期核查，不得长期使用，不同实验人员、实验仪器之间不得相互借用。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须与样品测定同时进行。校准曲线相关系数 r 按照分析方法中的要求确定。如分析方法中未规定，应检查测量信号与测定浓度的线性关系，当 $r \geq 0.999$ 时，可用回归方程处理数据；若 $r < 0.999$ ，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。

(c) 标准样品/有证标准物质测定

采用标准样品/有证标准物质作为控制手段，每批样品带一个已知浓度的质控样品，与样品同步测定，且标准样品/有证标准物质不应与绘制标准曲线的标准溶液来源相同。如实验室自行配制质控样，要注意与标准样品/有证标准物质比对，不得使用与绘制校准曲线相同的标准溶液，须另行配制。

十、自行监测结果公布

企业应按要求及时向市级环境保护主管部门上报自行监测信息，在市级环境保护主管部门网站向社会公布自行监测信息。企业基础信息应随监测数据一并公布，基础信息、自行监测方案如有调整变化时，应于变更后的七个工作日内公布最新内容。

自行监测结果公布

(1) 对外公布方式：

(2) 公布时限：

①手工监测数据每次监测完成后的 15 日内公布；

②自动监测数据 24 小时连续公布；

③委托监测数据待监测报告出来后的 5 日内公布。

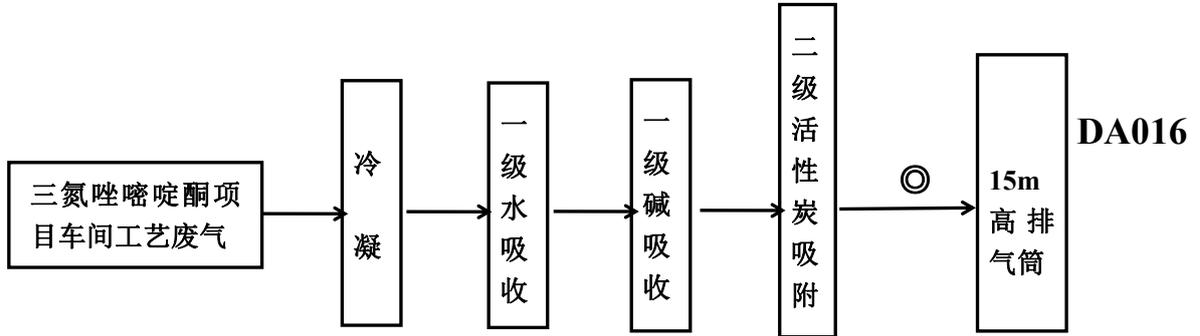
公布内容：企业名称、法定代表、行业、排放口、监测点位、监测日期、监测结果、执行标准及排放限值，以及监测值超标情况等。

十一、委托监测

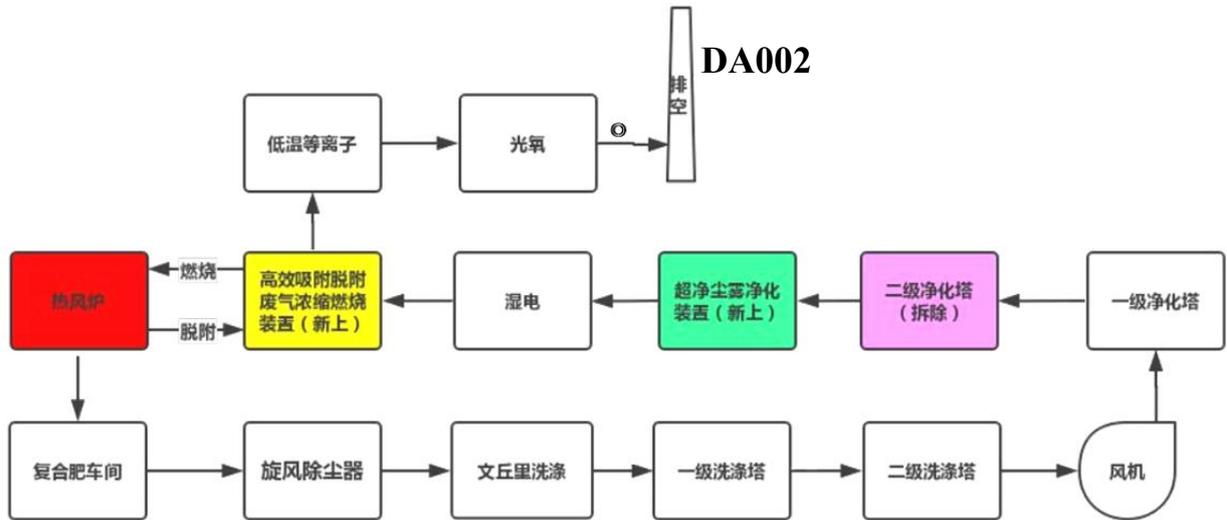
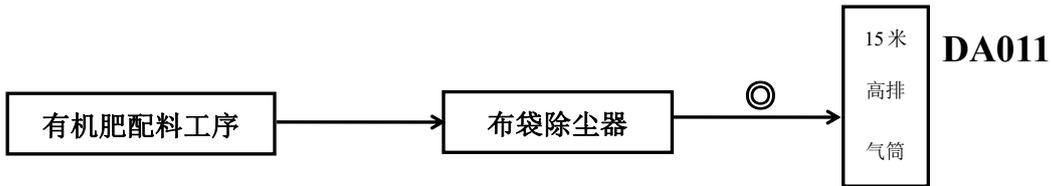
目前我公司不具备自行监测能力，委托吴忠市科信环境检测有限公司按照自行监测方案开展自行监测工作。

废气监测点位示意图

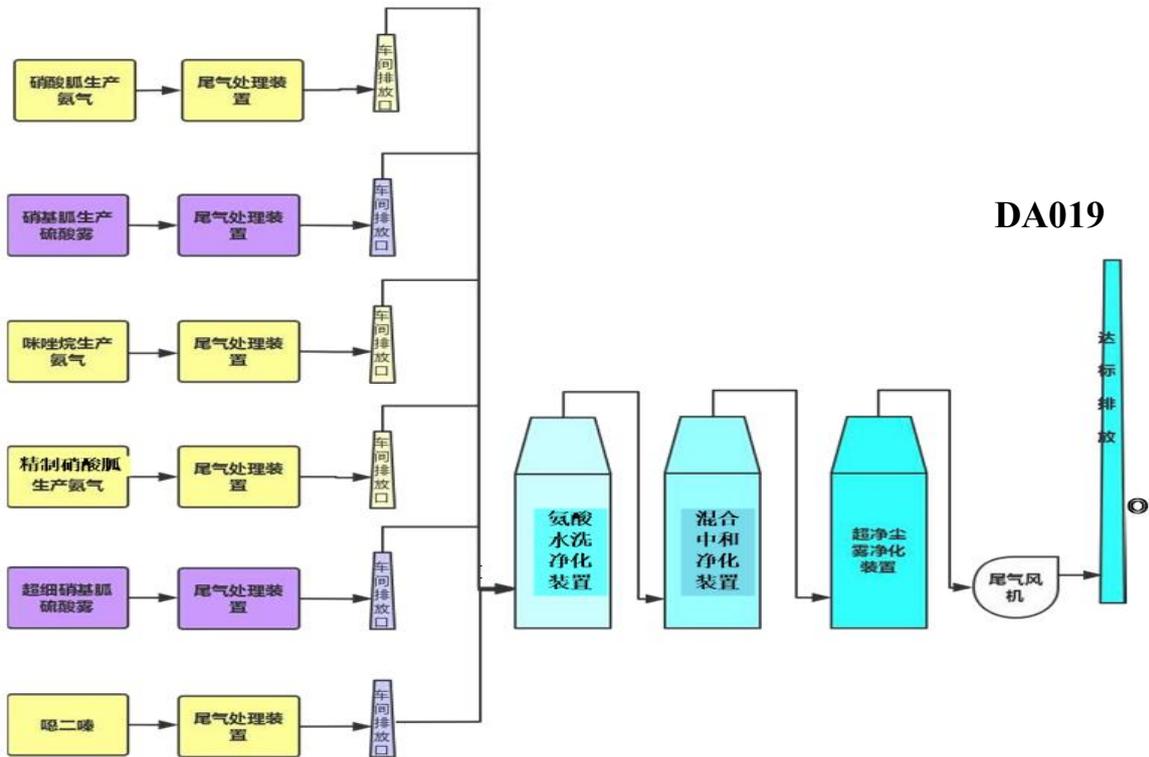
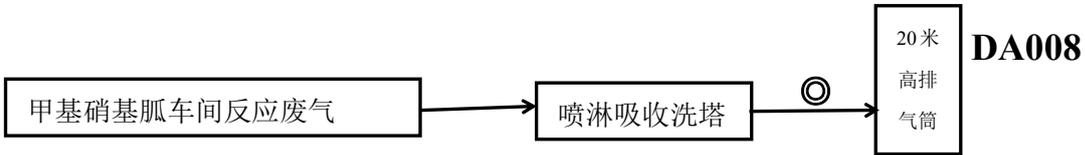
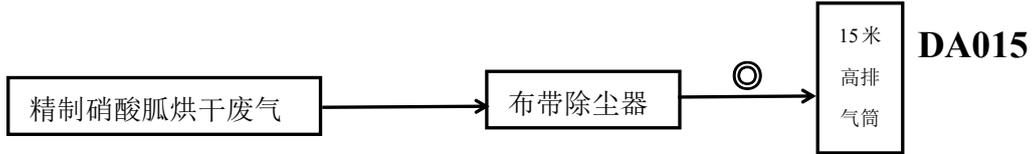
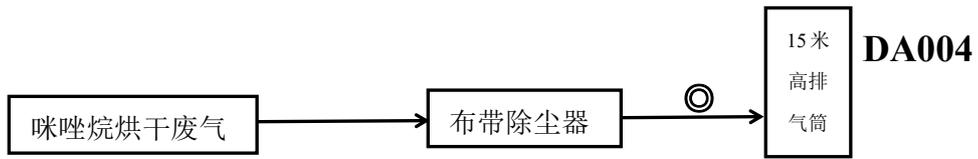
◎ 有组织废气监测点位



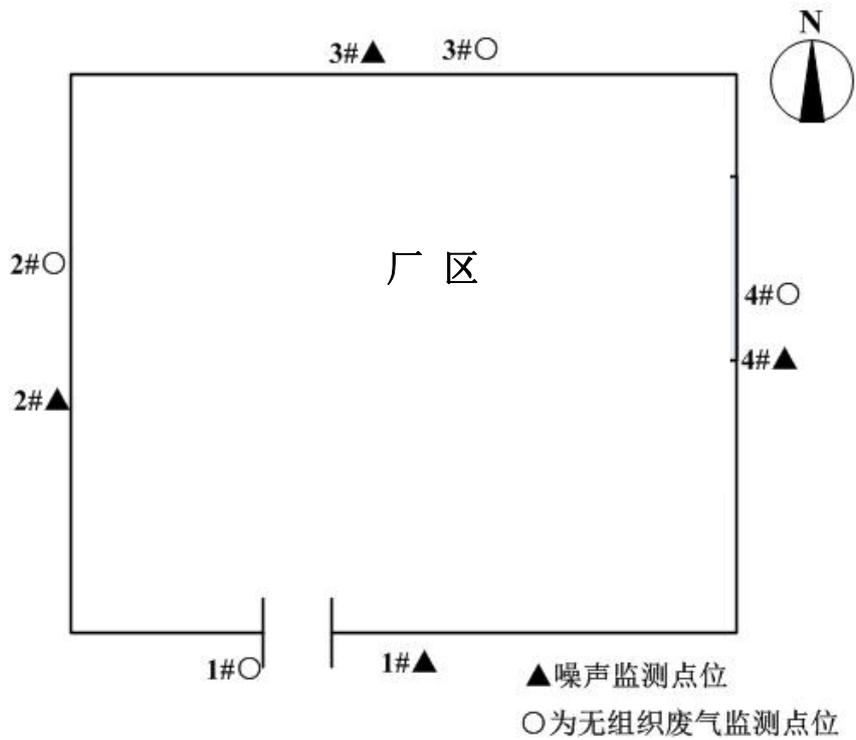
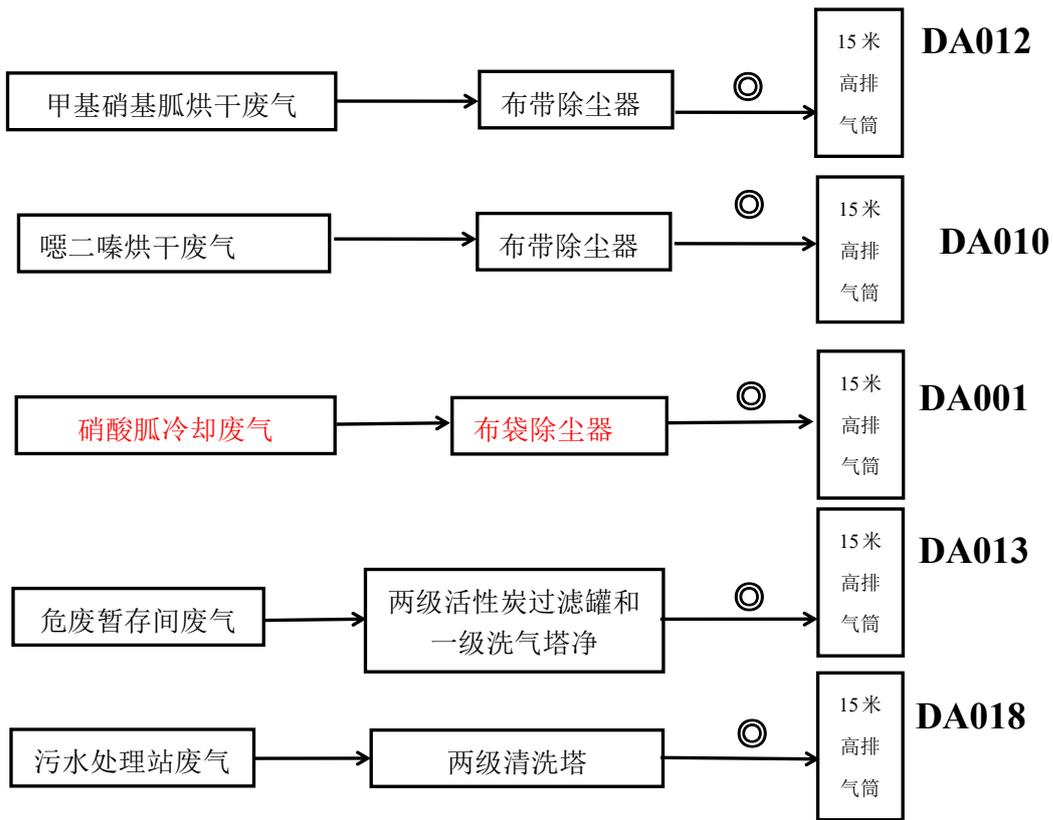
三氮唑嘧啶酮项目监测点位示意图



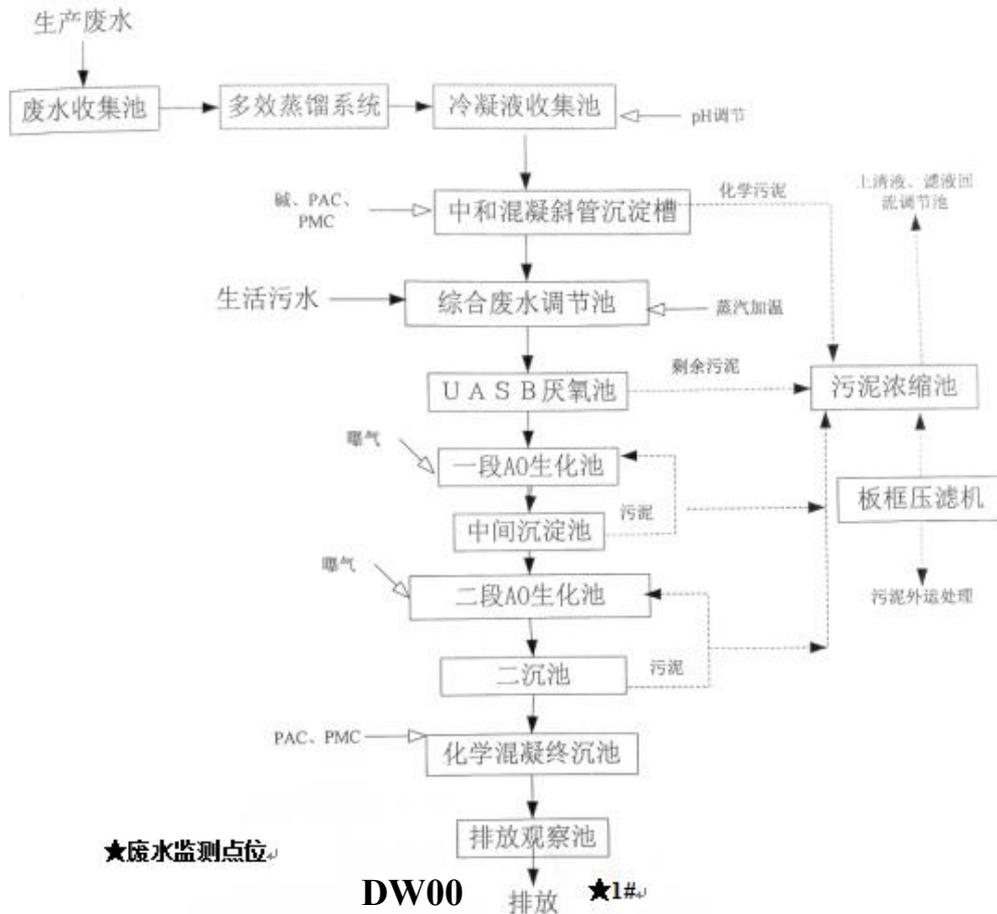
有机肥项目监测点位示意图



尾气集中处理检测点位示意图



厂界噪声和无组织废气监测点位示意图



废水监测点位示意图

备注；检测方案依据排污许可证管理要求编制，每季度的监测报告依据检测方案，必须包含监测时当月的月度和季度的污染因子监测分析数据的完整报告，包括水、气、无组织，噪声等，请检测单位认真核实、不得存在缺项。地下水和土壤监测报告分别以监测频次出具报告。

宁夏东吴农化股份有限公司

2024年1月5日