

ICS XX.XX.XX  
Z XX

# DB31

上海市地方标准

DB31/199-201?

代替 DB 31/ 199-2009

## 污水综合排放标准

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××实施

上海市环境保护局

上海市水务局 发布

上海市质量技术监督局

# 目 录

前 言 .....	II
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	4
4 污染物排放控制要求 .....	4
5 污染物监测要求 .....	10
6 实施与监督 .....	17

附录 A（规范性附录）水质	总锡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
附录 B（规范性附录）水质	半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法
附录 C（规范性附录）水质	溶解性总固体的测定 称量法
附录 D（规范性附录）水质	甲醇的测定 气相色谱法
附录 E（规范性附录）水质	总大肠菌群的测定 多管发酵法

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，防治水污染，保护和改善水环境，保障公共污水处理系统安全运行，保障人体健康，促进环境、经济与社会的可持续发展，依据《中华人民共和国水污染防治法》、《上海市环境保护条例》和《城镇排水与污水处理条例》，对 DB 31/199-2009《污水综合排放标准》进行修订。

本标准规定了 99 个排入水体的污染物项目的排放限值，其中第一类污染物 17 项，第二类污染物 82 项；55 个排入公共污水处理系统污染物项目的排放限值，其中第一类污染物同排入水体的第一类污染物 17 项，第二类污染物 38 项。本标准对适用范围、污染物排放控制要求与污染物的监测要求及标准的实施与监督作了明确规定。

本标准对 DB 31/199—2009 的主要修订之处如下：

——调整了标准适用范围；

——调整了标准分级，将原第一类污染物两个级别的排放标准统一为一级排放标准；将原第二类污染物三个级别的排放标准调整为二个级别；

——增加了总锑、总铊、总铁、二氯甲烷、硝基酚、硫氰酸盐 6 项污染物控制指标；取消元素磷污染物控制指标；

——调整了部分污染物项目的排放限值；

——更新了部分污染物项目的测定分析方法；

——增加了排入公共污水处理系统的水质管理、污染物项目及排放限值。

本标准自实施之日起，代替 DB 31/199—2009 及 DB31/T445-2009。

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由上海市环境保护局、上海市水务局提出并归口。

本标准由上海市人民政府 20\*\*年\*月\*\*日批准。

本标准主要起草单位：上海市环境科学研究院、上海市水务局、上海市排水管理处。

本标准主要起草人：陈漫漫、韩晓嫣、杨青、康丽娟、李丹、曹勇、张辉、张爱平、顾竹琴、耿亮、严冬。

DB 31/199 标准于 1997 年 11 月首次发布，2009 年第一次修订，本次修订为第二次修订。

本标准由上海市环境保护局、上海市水务局负责解释。

# 污水综合排放标准

## 1 适用范围

1.1 本标准适用于上海市行政区域内除 1.2、1.3、1.4 规定范围以外的排污单位（排水户）的水污染物排放管理，以及建设项目的环境影响评价、环境保护设施设计、竣工环境保护验收和建成投产后的水污染排放管理。

1.2 下列标准适用的污染源执行以下相应标准：

GB 18918 城镇污水处理厂污染物排放标准

GB 18466 医疗机构水污染物排放标准

1.3 国家水污染物排放标准特别排放限值实施范围内的排污单位（排水户），执行国家和本市有关规定。

1.4 国家或本市地方行业水污染物排放标准实施范围内的排污单位（排水户），执行国家和本市地方行业水污染物排放标准的規定。

1.5 本标准适用于法律允许的污染物排放行为。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB 3838	地表水环境质量标准
GB 3097	海水水质标准
GB 18466	医疗机构水污染物排放标准
GB 18918	城镇污水处理厂污染物排放标准
GB/T 31962	污水排入城镇下水道水质标准
GB/T 6920	水质 pH 值的测定 玻璃电极法
GB/T 7466	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 7467	水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法
GB/T 7470	水质 铅的测定 双硫脲分光光度法
GB/T 7475	水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法
GB/T 7484	水质 氟化物的测定 离子选择电极法
GB/T 7485	水质 总砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
GB/T 7494	水质 阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法
GB/T 8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 9803	水质 五氯酚的测定 藏红 T 分光光度法
GB/T 11889	水质 苯胺类化合物的测定 N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法
GB/T 11890	水质 苯系物的测定 气相色谱法
GB/T 11893	水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

GB/T 11895	水质	苯并(a)芘的测定	乙酰化滤纸层析荧光分光光度法
GB 11896	水质	氯化物的测定	硝酸银滴定法
GB/T 11899	水质	硫酸盐的测定	重量法
GB/T 11901	水质	悬浮物的测定	重量法
GB/T 11902	水质	硒的测定	2,3-二氨基萘荧光法
GB/T 11903	水质	色度的测定	稀释倍数法
GB/T 11906	水质	锰的测定	高锰酸钾分光光度法
GB/T 11907	水质	银的测定	火焰原子吸收分光光度法
GB/T 11910	水质	镍的测定	丁二酮肟分光光度法
GB/T 11911	水质	铁、锰的测定	火焰原子吸收分光光度法
GB/T 11912	水质	镍的测定	火焰原子吸收分光光度法
GB 13192	水质	有机磷农药的测定	气相色谱法
GB/T 13195	水质	水温的测定	温度计或颠倒温度计测定法
GB/T 13199	水质	阴离子洗涤剂的测定	电位滴定法
GB/T 13267	水质	物质对淡水鱼(斑马鱼)急性毒性测定方法	
GB/T 13896	水质	铅的测定	示波极谱法
GB/T 13897	水质	硫氰酸盐的测定	异烟酸-吡唑啉酮分光光度法
GB/T 14204	水质	烷基汞的测定	气相色谱法
GB/T 14376	水质	偏二甲基胍的测定	氨基亚铁氰化钠分光光度法
GB/T 14377	水质	三乙胺的测定	溴酚蓝分光光度法
GB/T 14378	水质	二乙烯三胺的测定	水杨醛分光光度法
GB/T 14552	水、土中	有机磷农药测定	气相色谱法
GB/T 14672	水质	吡啶的测定	气相色谱法
GB/T 15503	水质	钒的测定	钼试剂(BPHA)萃取分光光度法
GB/T 15504	水质	二硫化碳的测定	二乙胺乙酸铜分光光度法
GB/T 15505	水质	硒的测定	石墨炉原子吸收法
GB/T 15959	水质	可吸附有机卤素(AOX)的测定	微库仑法
GB/T 16489	水质	硫化物的测定	亚甲基蓝分光光度法
GB/T 21814	工业废水	的试验方法	鱼类急性毒性试验
HJ/T 58	水质	铍的测定	铬菁 R 分光光度法
HJ/T 59	水质	铍的测定	石墨炉原子吸收分光光度法
HJ/T 60	水质	硫化物的测定	碘量法
HJ/T 70	高氯废水	化学需氧量的测定	氯气校正法
HJ/T 72	水质	邻苯二甲酸二甲(二丁、二辛)酯的测定	液相色谱法
HJ/T 73	水质	丙烯腈的测定	气相色谱法
HJ/T 74	水质	氯苯的测定	气相色谱法
HJ/T 83	水质	可吸附有机卤素(AOX)的测定	离子色谱法
HJ/T 84	水质	无机阴离子 (F <sup>-</sup> 、Cl <sup>-</sup> 、NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> 、SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )的测定	离子色谱法
HJ/T 91	地表水和污水监测技术规范		
HJ/T 195	水质	氨氮的测定	气相分子吸收光谱法
HJ/T 200	水质	硫化物的测定	气相分子吸收光谱法
HJ/T 341	水质	汞的测定	冷原子荧光法(试行)
HJ/T 343	水质	氯化物的测定	硝酸汞滴定法(试行)
HJ/T 344	水质	锰的测定	甲醛肟分光光度法
HJ/T 345	水质	铁的测定	邻菲罗啉分光光度法
HJ/T 347	水质	粪大肠菌群的测定	多管发酵法和滤膜法(试行)
HJ/T 399	水质	化学需氧量的测定	快速消解分光光度法
HJ 478	水质	多环芳烃的测定	液液萃取和固相萃取高效液相色谱法
HJ 484	水质	氰化物的测定	容量法和分光光度法
HJ 485	水质	铜的测定	二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法

HJ 486	水质	铜的测定	2,9-二甲基-1,10-菲啰啉分光光度法
HJ 487	水质	氟化物的测定	茜素磺酸锆目视比色法
HJ 488	水质	氟化物的测定	氟试剂分光光度法
HJ 489	水质	银的测定	3,5-Br <sub>2</sub> -PADAP 分光光度法
HJ 490	水质	银的测定	镉试剂 2B 分光光度法
HJ 493	水质	采样	样品的保存和管理技术规定
HJ 494	水质		采样技术指导
HJ 495	水质		采样方案设计技术规定
HJ 501	水质	总有机碳的测定	燃烧氧化—非分散红外吸收法
HJ 502	水质	挥发酚的测定	溴化容量法
HJ 503	水质	挥发酚的测定	4-氨基安替比林分光光度法
HJ 505	水质	五日生化需氧量(BOD <sub>5</sub> )的测定	稀释与接种法
HJ 535	水质	氨氮的测定	纳氏试剂分光光度法
HJ 536	水质	氨氮的测定	水杨酸分光光度法
HJ 537	水质	氨氮的测定	蒸馏-中和滴定法
HJ 550	水质	钴的测定	5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法
HJ 551	水质	二氧化氯和亚氯酸盐的测定	连续滴定碘量法
HJ 585	水质	游离氯和总氯的测定	N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法
HJ 586	水质	游离氯和总氯的测定	N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法
HJ 591	水质	五氯酚的测定	气相色谱法
HJ 592	水质	硝基苯类化合物的测定	气相色谱法
HJ 594	水质	显影剂及其氧化物总量的测定	碘-淀粉分光光度法(暂行)
HJ 595	水质	彩色显影剂总量的测定	169 成色剂分光光度法(暂行)
HJ 597	水质	总汞的测定	冷原子吸收分光光度法
HJ 601	水质	甲醛的测定	乙酰丙酮分光光度法
HJ 602	水质	钡的测定	石墨炉原子吸收分光光度法
HJ 603	水质	钡的测定	火焰原子吸收分光光度法
HJ 620	水质	挥发性卤代烃的测定	顶空气相色谱法
HJ 621	水质	氯苯类化合物的测定	气相色谱法
HJ 636	水质	总氮的测定	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法
HJ 637	水质	石油类和动植物油类的测定	红外分光光度法
HJ 639	水质	挥发性有机物的测定	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
HJ 648	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
HJ 659	水质	氰化物等的测定	真空检测管-电子比色法
HJ 665	水质	氨氮的测定	连续流动-水杨酸分光光度法
HJ 666	水质	氨氮的测定	流动注射-水杨酸分光光度法
HJ 667	水质	总氮的测定	连续流动-盐酸萘乙二胺分光光度法
HJ 668	水质	总氮的测定	流动注射-盐酸萘乙二胺分光光度法
HJ 670	水质	磷酸盐和总磷的测定	连续流动-钼酸铵分光光度法
HJ 671	水质	总磷的测定	流动注射-钼酸铵分光光度法
HJ 673	水质	钒的测定	石墨炉原子吸收分光光度法
HJ 674	水质	胍和甲基胍的测定	对二甲氨基苯甲醛分光光度法
HJ 676	水质	酚类化合物的测定	液液萃取/气相色谱法
HJ 686	水质	挥发性有机物的测定	吹扫捕集/气相色谱法
HJ 694	水质	汞、砷、硒、铋和锑的测定	原子荧光法
HJ 700	水质	65 种元素的测定	电感耦合等离子体质谱法
HJ 716	水质	硝基苯类化合物的测定	气相色谱-质谱法
HJ 744	水质	酚类化合物的测定	气相色谱-质谱法
HJ 748	水质	铊的测定	石墨炉 原子吸收分光光度法
HJ 755	水质	总大肠菌群和粪大肠菌群的测定	纸片快速法
HJ 756	水质	丁基黄原酸的测定	紫外分光光度法

HJ 757	水质	铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
HJ 776	水质	32 种元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
HJ 788	水质	乙腈的测定 吹扫捕集气相色谱法水质
HJ 789	水质	乙腈的测定 直接进样/气相色谱法
HJ 806	水质	丙烯腈和丙烯醛的测定 吹扫捕集/气相色谱法
HJ 810	水质	挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法
HJ 811	水质	总硒的测定 3,3'-二氨基联苯胺分光光度法
HJ 823	水质	氰化物的测定 流动注射-分光光度法
HJ 822	水质	苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法
HJ 824	水质	硫化物的测定 流动注射-亚甲基蓝分光光度法
HJ 825	水质	挥发酚的测定 流动注射 4 氨基安替比林分光光度法
HJ 826	水质	阴离子表面活性剂的测定 流动注射-亚甲基蓝分光光度法
HJ 828	水质	化学需氧量的测定 重铬酸盐法
CJ/T 51		城市污水水质检验方法标准

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1 敏感水域

本市自然保护区范围内水域、水源保护缓冲区以及其它国家或上海市规定的重点生态保护和建设区。

#### 3.2 非敏感水域

本市范围内除集中式生活饮用水水源保护区和 3.1 规定之外的水域。

#### 3.3 公共污水处理系统

通过纳污管道等方式收集废水,为两家以上排污单位提供废水处理服务并且排水能够达到相关排放标准要求的企业或机构,包括各种规模和类型的城镇污水处理厂、区域(包括各类工业园区、开发区、工业聚集地等)污水处理厂等,其废水处理程度应达到二级或二级以上。

#### 3.4 排污单位(排水户)

指具有污水排放行为的单位和个体经营者。

#### 3.5 现有单位

在本标准实施之日前,已建成投产或环境影响评价文件已通过审批的单位。

#### 3.6 新(改、扩)建单位

本标准实施之日起,环境影响评价文件通过审批的单位。

### 4 污染物排放控制要求

#### 4.1 污染物分类

4.1.1 直接或经终端未设置公共污水处理系统的城镇、工业区排水系统排入地表水体的水污染物,按其性质及控制方式分为二类, 第一类 17 项, 第二类 82 项; 排入公共污水处理系统的水污染物分为二类, 第一类 17 项, 第二类 37 项。

4.1.2 第一类污染物的排放监控位置和最高允许排放浓度执行表 1 的规定, 第二类污染物的排放监控位置和最高允许排放浓度按其排放去向分别执行表 2、表 3 的规定。

## **4.2 标准分级**

### **4.2.1 第一类污染物**

直接或经城镇、工业区排水系统排入地表水体及排入公共污水处理系统的污水, 其第一类污染物最高允许排放浓度均执行表 1 的规定。

### **4.2.2 第二类污染物**

4.2.2.1 直接或经终端未设置公共污水处理系统的城镇、工业区排水系统排入地表水体的污水, 根据受纳水域的环境功能, 其第二类污染物的排放标准分为敏感水域标准、非敏感水域标准 (见表 2)。

4.2.2.2 直接或经终端未设置公共污水处理系统的城镇、工业区排水系统排入敏感水域、GB 3838 中 III 类环境功能及以上水域和 GB 3097 中二类环境功能及以上海域的污水, 其第二类污染物执行敏感水域标准。

4.2.2.3 直接或经终端未设置公共污水处理系统的城镇、工业区排水系统排入 GB 3838 中 IV、V 类环境功能水域和 GB 3097 中第三、四类环境功能海域的污水, 其第二类污染物执行非敏感水域标准。

4.2.2.4 排入设置公共污水处理系统的城镇或工业区排水系统的污水, 其第二类污染物执行表 3 的规定。

## **4.3 标准限值**

### **4.3.1 污染物排放限值**



表 1 第一类污染物排放限值

单位: mg/L (凡注明者除外)

序号	污染物名称	排放限值	污染物排放监控位置
1	总汞(以 Hg 计)	0.001	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
2	烷基汞(以 Hg 计)	不得检出	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
3	总镉(以 Cd 计)	0.01	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
4	总铬(以 Cr 计)	0.15	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
5	六价铬(以 Cr <sup>6+</sup> 计)	0.05	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
6	总砷(以 As 计)	0.05	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
7	总铅(以 Pb 计)	0.1	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
8	总镍(以 Ni 计)	0.1	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
9	总铍(以 Be 计)	0.003	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
10	总银(以 Ag 计)	0.1	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
11	总钒(以 Sn 计)	1.0	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
12	总硒(以 Se 计)	0.05	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
13	总钴(以 Co 计)	1.0	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
14	总锡(以 Sn 计)	2.0	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
15	总 $\alpha$ 放射性/(Bq/L)	1	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
16	总 $\beta$ 放射性/(Bq/L)	10	车间(或车间处理设施)排放口和总排口
17	苯并(a)芘	0.00003	车间(或车间处理设施)排放口和总排口

表 2 排入水体的第二类污染物排放限值

单位: mg/L (凡注明者除外)

序号	污染物或项目名称	排放限值		污染物排放监控位置
		敏感水域标准	非敏感水域标准	
1	pH(无量纲)	6~9	6~9	总排口
2	色度(稀释倍数)	30	50	总排口
3	溶解性固体总量(TDS)	2000	-	总排口
4	悬浮物(SS)	20	30	总排口
5	五日生化需氧量(BOD <sub>5</sub> )	10	20	总排口
6	化学需氧量(COD <sub>Cr</sub> )	50	60	总排口
7	总有机碳(TOC)	8	12	总排口
8	氨氮(NH <sub>3</sub> -N) <sup>①</sup>	1.5(3)	5(8)	总排口
9	总氮(TN, 以 N 计)	10	15	总排口
10	总磷(TP, 以 P 计)	0.3	0.5	总排口
11	石油类	1.0	3.0	总排口
12	动植物油	1.0	5.0	总排口
13	挥发酚	0.1	0.3	总排口
14	硫化物	0.5	1.0	总排口
15	氟化物	5.0	8.0	总排口
16	总铜	0.2	0.5	总排口
17	总锌	1.0	2.0	总排口

序号	污染物或项目名称	排放限值		污染物排放监控位置
		敏感水域标准	非敏感水域标准	
18	总锰	1.0	2.0	总排口
19	总钡	15	20	总排口
20	总锑	0.05	0.1	总排口
21	总铊	0.005	0.3	总排口
22	总铁	2.0	3.0	总排口
23	甲醛	0.5	1.5	总排口
24	甲醇	3.0	8.0	总排口
25	阴离子表面活性剂 (LAS)	3.0	5.0	总排口
26	彩色显影剂	1.0	2.0	总排口
27	显影剂及氧化物总量	3.0	3.0	总排口
28	可吸附有机卤化物 (AOX) (以 Cl 计)	0.5	1.0	总排口
29	二氯甲烷	0.2	0.3	总排口
30	三氯甲烷	0.06	0.3	总排口
31	四氯化碳	0.002	0.02	总排口
32	三氯乙烯	0.07	0.3	总排口
33	四氯乙烯	0.04	0.1	总排口
34	1,2-二氯乙烷	不得检出	0.05	总排口
35	苯	0.1	0.1	总排口
36	甲苯	0.1	0.2	总排口
37	乙苯	0.4	0.4	总排口
38	二甲苯总量②	0.6	0.8	总排口
39	异丙苯	0.4	0.6	总排口
40	苯乙烯	0.1	0.1	总排口
41	1,2-二氯苯	0.4	0.4	总排口
42	1,4-二氯苯	0.4	0.4	总排口
43	三氯苯	0.2	0.4	总排口
44	苯胺类	0.5	1.0	总排口
45	苯酚	0.3	0.3	总排口
46	间-甲酚	0.1	0.2	总排口
47	2,4-二氯酚	0.3	0.5	总排口
48	2,4,6-三氯酚	0.6	0.6	总排口
49	硝基酚	3.0	3.0	总排口
50	邻苯二甲酸二丁酯	0.2	0.2	总排口
51	邻苯二甲酸二辛酯	0.3	0.3	总排口
52	乙腈	2.0	2.0	总排口
53	水合肼	0.1	0.2	总排口
54	吡啶	0.5	1.0	总排口
55	二硫化碳	1.0	4.0	总排口
56	丁基黄原酸	不得检出	0.05	总排口
57	总硼	2.0	2.0	车间 (或车间处理设施) 排放口

序号	污染物或项目名称	排放限值		污染物排放监控位置
		敏感水域标准	非敏感水域标准	
				和总排口
58	总氰化物（以 CN <sup>-</sup> 计）	0.1	0.2	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
59	乐果	不得检出	不得检出	总排口
60	对硫磷	不得检出	不得检出	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
61	甲基对硫磷	不得检出	不得检出	总排口
62	马拉硫磷	不得检出	不得检出	总排口
63	11 种有机磷农药③	不得检出	不得检出	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
64	五氯酚及五氯酚钠	0.01	0.05	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
65	氯苯	0.05	0.1	总排口
66	对-硝基氯苯	0.5	0.5	总排口
67	2,4-二硝基氯苯	0.5	0.5	总排口
68	丙烯腈	1.0	1.0	总排口
69	丙烯醛	0.5	1	总排口
70	硝基苯类	1.0	2.0	总排口
71	总余氯	0.5	0.5	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
72	总大肠菌群（MPN/L）	100	500	总排口
73	鱼类急性毒性	96 小时未达半致死浓度	/	总排口
74	氯化物	200	250	总排口
75	胍	0.05	0.05	总排口
76	二氧化氯	0.3	0.5	总排口
77	氯乙烯	0.05	0.05	总排口
78	一甲基胍	0.10	0.10	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
79	偏二甲基胍	0.3	0.3	车间（或车间处理设施）排放口和总排口
80	三乙胺	5.0	5.0	总排口
81	二乙烯三胺	5.0	5.0	总排口
82	硫氰酸盐	3.0	3.0	总排口
<p>① 每年 11 月 1 日至次年 3 月 31 日执行括号内的排放限值；</p> <p>② 二甲苯总量是指间-二甲苯、邻-二甲苯和对-二甲苯三种物质测定结果的总和；</p> <p>③ 11 种有机磷农药指：敌敌畏、二嗪磷（二嗪农）、异稻瘟净、杀螟松（杀螟硫磷）、水胺硫磷、稻丰散、杀扑磷、乙硫磷、速灭磷、甲拌磷和溴硫磷。</p>				

表 3 排入公共污水处理系统的第二类污染物排放限值

单位： mg/L（凡注明者除外）

序号	污染物名称	排放限值	污染物排放监控位置
1	水温	40	总排口
2	色度	64	总排口
3	易沉固体（L.15min）	10	总排口
4	悬浮物	400	总排口
5	溶解性总固体	2000	总排口
6	动植物油	100	总排口
7	石油类	15	总排口
8	pH 值	6-9	总排口
9	五日生化需氧量（BOD <sub>5</sub> ）	300	总排口
10	化学需氧量（COD <sub>Cr</sub> ）	500	总排口
11	总有机碳	180	总排口
12	氨氮（以 N 计）	40	总排口
13	总氮（以 N 计）	60	总排口
14	总磷（以 P 计）	8	总排口
15	阴离子表面活性剂（LAS）	15	总排口
16	总氰化物	0.2	总排口
17	硫化物	1	总排口
18	氟化物	20	总排口
19	氯化物	600	总排口
20	硫酸盐	500	总排口
21	总铜	1	总排口
22	总锌	5	总排口
23	总锰	2	总排口
24	总铁	10	总排口
25	总锑	1.0	总排口
26	挥发酚	1	总排口
27	苯系物	2.5	总排口
28	苯胺类	2	总排口
29	硝基苯类	3	总排口
30	甲醛	5	总排口
31	三氯甲烷	1	总排口
32	四氯化碳	0.5	总排口
33	三氯乙烯	1	总排口
34	四氯乙烯	0.5	总排口

35	可吸附有机卤化物 (AOX, 以 Cl 计)	8	总排口
36	有机磷农药	不得检出	总排口
37	五氯酚	0.05	总排口
38	粪大肠菌群 (MPN/L)	500	总排口
有机磷农药包括: 乐果、对硫磷、甲基对硫磷、马拉硫磷			

#### 4.3.2 其他规定

4.3.2.1 污染物测定值或其计算值与表 1 和表 2 中的标准限值作比较时,采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法。

4.3.2.2 除 pH 值、鱼类急性毒性以外的所有污染物项目标准限值均为最高允许排放限值。

4.3.2.3 pH 值的标准限值为一个允许范围,无日均值,任意一次 pH 值超出该允许范围即为超标。

4.3.2.4 鱼类急性毒性无日均值,任意一次检出毒性即为超标。

4.3.2.5 污染物项目的标准限值为不得检出时,该标准限值为小于该项目规定的测定方法的检出限。

#### 4.4 实施时限

新(改、扩)建单位自本标准实施之日起执行,现有单位自 2018 年 12 月 1 日起执行。

### 5 污染物监测要求

#### 5.1 排污单位排污口设置

5.1.1 排污单位应设置独立的排污口,不得与其他排污单位共用排污口。

5.1.2 排污口的布设应符合 HJ/T 91、HJ/T 92 和市环境保护行政主管部门的有关规定。

5.1.3 工业企业已达到排放标准的间接冷却水应单独排放,不得与工艺生产污水混合后处理,不得在排污口上游和排污口内进行稀释排放。

5.1.4 若一个排污单位的排污口排放两种或两种以上的混合污水(间接冷却水除外),且各种污水若单独排放时执行不同的排放标准,则该排污口排放的混合污水按其中最严格的排放标准执行。

#### 5.2 排水户排水专用检测井设置

5.2.1 排水户总排口应设置排水专用检测井,并设置水样采集点标识。

5.2.2 排水户应对排水专用检测井进行管理和维护。

### 5.3 其他规定

5.3.1 禁止将污水排入地下。

5.3.2 禁止将未达标污水稀释排放。

5.3.3 禁止向公共污水处理系统倾倒垃圾、粪便、工业废渣、餐厨废物、施工泥浆、易凝聚等造成堵塞的物质。

5.3.4 禁止向公共污水处理系统排入具有腐蚀性的污水或物质。

5.3.5 禁止向公共污水处理系统排入有毒、有害、易燃、易爆、恶臭等可能危害城镇排水与污水处理设施安全的污水或物质。

### 5.4 监测

5.4.1 污染源监督性监测和建设项目污水处理设施竣工环境保护监测、水务行政执法、行政许可的采样方案与监测项目选择,按国家和市环境保护行政主管部门污染源监测技术规范、市水务行政主管部门排水水质监测规范执行。

5.4.2 污染源监督性监测、抽查性监测、企业自我监测、流域监测和建设项目污水处理设施竣工环境保护监测、水务行政执法、行政许可的采样频率、采样时间等要求,按国家和市环境保护行政主管部门污染源监测技术规范、市水务行政主管部门排水水质监测规范执行。

5.4.3 污水样品的采集方法、保存方法以及污水流量的测量应符合 HJ 493、HJ494、HJ/T 91 和 HJ/T 92 等相关标准规范的要求。

5.4.4 新(改、扩)建单位和现有单位安装污染物排放自动监控设备的要求,按国家及地方有关规定执行。

5.4.5 本标准中各污染物项目的测定采用表 4 所列的方法标准。

表 4 污染物项目的测定方法

序号	控制项目	测定方法	方法来源
1	总汞	冷原子荧光法 冷原子吸收分光光度法 原子荧光法 冷原子吸收分光光度法 原子荧光法	HJ/T 341 HJ 597 HJ 694 CJ/T 51 CJ/T 51
2	烷基汞	气相色谱法	GB/T 14204
3	总镉	原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 直接火焰原子吸收光谱法	GB/T 7475 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51

序号	控制项目	测定方法	方法来源
		电感耦合等离子体发射光谱法 石墨炉原子吸收分光光度法	CJ/T 51
4	总铬	高锰酸钾氧化-二苯碳酰二肼分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 火焰原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体发射光谱法	GB/T 7466 CJ/T 51 HJ 700 HJ 757 CJ/T 51 HJ 776 CJ/T 51
5	六价铬	二苯碳酰二肼分光光度法	GB 7467 CJ/T 51
6	总砷	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 原子荧光法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法	GB/T 7485 CJ/T 51 HJ 694 CJ/T 51 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51
7	总铅	双硫脲分光光度法 原子吸收分光光度法 示波极谱法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 石墨炉原子吸收分光光度法 原子荧光光谱法	GB/T 7470 CJ/T 51 GB/T 7475 CJ/T 51 GB/T 13896 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51 CJ/T 51
8	总镍	丁二酮肟分光光度法 火焰原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法	GB/T 11910 GB/T 11912 CJ/T 51 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51
9	总铍	铬菁 R 分光光度法 石墨炉原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体质谱法	HJ/T 58 HJ/T 59 HJ 700
10	总银	火焰原子吸收分光光度法 3,5-Br <sub>2</sub> -PADAP 分光光度法 镉试剂 2B 分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法	GB/T 11907 HJ 489 HJ 490 HJ 700 HJ 776
11	总钒	石墨炉原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法	HJ 673 HJ 700 HJ 776
12	总硒	2,3-二氨基萘荧光法 石墨炉原子吸收分光光度法 原子荧光法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 3,3'-二氨基联苯胺分光光度法	GB/T 11902 GB/T 15505 HJ 694 CJ/T 51 HJ 700 HJ776 CJ/T 51 HJ 811
13	总钴	5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法	HJ 550
14	总锡	石墨炉原子吸收分光光度法	附录 A
15	总 α 放射性/(Bq/L)	物理法	1)
16	总 β 放射性/(Bq/L)	物理法	1)
17	苯并(a)芘	乙酰化滤纸层析荧光分光光度法 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法 气相色谱-质谱法	GB/T 11895 HJ 478 附录 B
18	pH 值	玻璃电极法 电位计法	GB/T 6920 CJ/T 51
19	色度	稀释倍数法 铂钴比色法	GB/T 11903 CJ/T 51 GB/T 11903
20	溶解性总固体 (TDS)	称量法	CJ/T 51 附录 C
21	悬浮物 (SS)	重量法	GB/T 11901 CJ/T 51
22	五日生化需氧量 (BOD <sub>5</sub> )	稀释与接种法	HJ 505 CJ/T 51

序号	控制项目	测定方法	方法来源
23	化学需氧量 (COD <sub>Cr</sub> )	重铬酸盐法 快速消解分光光度法 氯气校正法 (氯化物高于 1000mg/L)	HJ 828 CJ/T 51 HJ/T 399 HJ/T 70
24	总有机碳 (TOC)	燃烧氧化—非分散红外吸收法 非色散红外法	HJ501 CJ/T51
25	氨氮 (NH <sub>3</sub> -N)	纳氏试剂分光光度法 水杨酸分光光度法 蒸馏中和滴定法 连续流动-水杨酸分光光度法 流动注射-水杨酸分光光度法 气相分子吸收光谱法	HJ 535 CJ/T 51 HJ 536 HJ 537 CJ/T 51 HJ 665 HJ 666 HJ/T 195
26	总氮 (以 N 计)	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 连续流动-盐酸萘乙二胺分光光度法 流动注射-盐酸萘乙二胺分光光度法 蒸馏后滴定法 蒸馏后分光光度法	HJ 636 CJ/T 51 HJ 667 HJ 668 CJ/T 51 CJ/T 51
27	总磷 (以 P 计)	钼酸铵分光光度法 连续流动-钼酸铵分光光度法 流动注射-钼酸铵分光光度法 抗坏血酸还原钼蓝分光光度法 氯化亚锡还原分光光度法 过硫酸钾高压消解-氯化亚锡分光光度法	GB/T11893 HJ 670 HJ 671 CJ/T 51 CJ/T 51 CJ/T 51
28	石油类	红外分光光度法 紫外分光光度法	HJ 637 CJ/T 51
29	动植物油	红外分光光度法 重量法	HJ 637 CJ/T 51
30	挥发酚	4-氨基安替比林分光光度法 蒸馏后 4-氨基安替比林分光光度法	HJ 503 CJ/T 51
31	硫化物	亚甲基蓝分光光度法 碘量法 气相分子吸收光谱法 容量法 对氨基 N,N-二甲基苯胺分光光度法	GB/T 16489 HJ/T 60 HJ/T 200 CJ/T 51 CJ/T 51
32	氟化物	离子选择电极法 离子色谱法 茜素磺酸锆目视比色法 氟试剂分光光度法	GB/T 7484 CJ/T 51 HJ/T 84 CJ/T 51 HJ 487 HJ 488
33	总铜	原子吸收分光光度法 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法 2, 9-二甲基-1,10-菲啉分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 直接火焰原子吸收光谱法	GB/T 7475 HJ 485 HJ 486 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51
34	总锌	原子吸收分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 直接火焰原子吸收光谱法	GB/T 7475 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51
35	总锰	高锰酸钾分光光度法 火焰原子吸收分光光度法 甲醛肟分光光度法 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 直接火焰原子吸收光谱法	GB/T 11906 GB/T 11911 HJ/T 344 HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51
36	总钡	电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 火焰原子吸收分光光度法 石墨炉原子吸收分光光度法水质	HJ 700 HJ 603 HJ 602
37	总铈	原子荧光法	HJ 694



序号	控制项目	测定方法	方法来源
		电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 原子荧光光度法	HJ 700 HJ 776 CJ/T 51 CJ/T 51
38	总铊	电感耦合等离子体质谱法 石墨炉原子吸收分光光度法	HJ 700 HJ 748
39	总铁	火焰原子吸收分光光度法 邻菲罗啉分光光度法(试行) 电感耦合等离子体质谱法 电感耦合等离子体发射光谱法 直接火焰原子吸收光谱法	GB/T11911 HJ/ T345 H 700 HJ 776 CJ/T51 CJ/T51
40	甲醛	乙酰丙酮分光光度法	HJ 601
41	甲醇	气相色谱法	附录 D
42	阴离子表面活性剂	亚甲蓝分光光度法 电位滴定法 流动注射-亚甲基蓝分光光度法 高效液相色谱法	GB/T 7494 GB/T 13199 HJ 826 CJ/T 51
43	彩色显影剂	169 成色剂法  169 成色剂分光光度法（暂行）	GB 8978-1996 附录 D: 一、彩色显影剂 总量的测定 HJ 595
44	显影剂及氧化物总量	碘-淀粉比色法  碘-淀粉分光光度法（暂行）	GB 8978-1996 附录 D: 二、显影剂及其 氧化物总量的测定 方法 HJ 594
45	可吸附有机卤化物 (AOX)(以 Cl 计)	微库仑法 离子色谱法	GB/T 15959 HJ/T 83
46	二氯甲烷	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱法	HJ 620 HJ 686
47	三氯甲烷	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 620 HJ 639 HJ 686 HJ 810
48	四氯化碳	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 620 HJ 639 HJ 686 HJ 810
49	三氯乙烯	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 620 HJ 639 HJ 686 HJ 810
50	四氯乙烯	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 620 HJ 639 HJ 686 HJ 810
51	1,2-二氯乙烷	顶空气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 620 HJ 639 HJ 686 HJ 810
52	苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法	GB/T11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51

序号	控制项目	测定方法	方法来源
		气相色谱法	
53	甲苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法 气相色谱法	GB/T 11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51
54	乙苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法 气相色谱法	GB/T 11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51
55	二甲苯总量	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法 气相色谱法	GB/T 11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51
56	异丙苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法 气相色谱法	GB/T 11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51
57	苯乙烯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 吹扫捕集/气相色谱法 顶空/气相色谱-质谱法 气相色谱法	GB/T 11890 HJ 639 HJ 686 HJ 810 CJ/T 51
58	1,2-二氯苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 621 HJ 639 HJ 810
59	1,4-二氯苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 621 HJ 639 HJ 810
60	三氯苯	气相色谱法 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 气相色谱-质谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 621 HJ 639 HJ 699 HJ 810
61	苯胺类	N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法 气相色谱-质谱法 偶氮分光光度法	GB/T 11889 HJ 822 CJ/T 51
62	苯酚	液液萃取/气相色谱法 气相色谱-质谱法	HJ 676 HJ 744
63	间-甲酚	液液萃取/气相色谱法 气相色谱-质谱法	HJ 676 HJ 744
64	2,4-二氯酚	液液萃取/气相色谱法 气相色谱-质谱法	HJ 676 HJ 744
65	2,4,6-三氯酚	液液萃取/气相色谱法 气相色谱-质谱法	HJ 676 HJ 744
66	硝基酚	气相色谱-质谱法 液液萃取/气相色谱法	HJ 744 HJ 676
67	邻苯二甲酸二丁酯	液相色谱法	HJ/T 72
68	邻苯二甲酸二辛酯	液相色谱法	HJ/T 72
69	乙腈	吹扫捕集气相色谱法水质	HJ 788

序号	控制项目	测定方法	方法来源
		直接进样/气相色谱法	HJ 789
70	水合肼	对二甲氨基苯甲醛分光光度法	HJ 674
71	吡啶	气相色谱法	GB/T 14672
72	二硫化碳	二乙胺乙酸铜分光光度法	GB/T 15504
73	丁基黄原酸	紫外分光光度法	HJ 756
74	总砷	电感耦合等离子体质谱法	HJ 700
75	总氰化物（以 CN <sup>-</sup> 计）	容量法和分光光度法 真空检测管-电子比色法 流动注射-分光光度法 吡啶-巴比妥酸分光光度法	HJ 484 HJ 659 HJ 823 CJ/T51
76	乐果	气相色谱法	GB/T 13192
77	对硫磷	气相色谱法	GB/T 13192
78	甲基对硫磷	气相色谱法	GB/T 13192
79	马拉硫磷	气相色谱法	GB/T 13192
80	11 种有机磷农药③	气相色谱法	GB/T 14552
81	五氯酚及五氯酚钠	藏红 T 分光光度法 气相色谱法	GB/T 9803 HJ 591
82	氯苯	气相色谱法 气相色谱法 吹扫捕集气相色谱-质谱法	HJ/T 74 HJ 621 HJ 639
83	对-硝基氯苯	液液萃取 固相萃取 气相色谱-质谱法	HJ648 HJ 716
84	2,4-二硝基氯苯	液液萃取 固相萃取 气相色谱-质谱法	HJ648 HJ 716
85	丙烯腈	气相色谱法	HJ/T 73 HJ 806
86	丙烯醛	气相色谱法	HJ 806
87	硝基苯类	气相色谱法 液液萃取 固相萃取-气相色谱法 气相色谱-质谱法 还原-偶氮分光光度法	HJ 592 HJ 648 HJ 716 CJ/T51
88	总余氯	N, N-二乙基-1, 4-苯二胺滴定法 N, N-二乙基-1, 4-苯二胺分光光度法	HJ 585 HJ 586
89	总大肠菌群（MPN/L）	纸片快速法 多管发酵法	HJ 755 附录 E
90	鱼类急性毒性	鱼类急性毒性试验 急性毒性测定方法	GB/T 21814 GB/T 13267
91	肼	对二甲氨基苯甲醛分光光度法	HJ 674
92	二氧化氯	碘量法	HJ 551
93	氯乙烯	吹扫捕集/气相色谱-质谱法 顶空/气相色谱-质谱法	HJ 639 HJ 810
94	一甲基肼	对二甲氨基苯甲醛分光光度法	HJ 674
95	偏二甲基肼	氨基亚铁氰化钠分光光度法	GB/T 14376
96	三乙胺	溴酚蓝分光光度法	GB/T 14377
97	二乙烯三胺	水杨醛分光光度法	GB/T 14378
98	硫氰酸盐	异烟酸-吡唑啉酮分光光度法	GB/T13897
99	易沉固体	体积法	CJ/T 51
100	氯化物	硝酸银滴定法 离子色谱法 硝酸汞滴定法（试行） 银量法	GB/T 11896 HJ/T 84 CJ/T 51 HJ/T 343 CJ/T 51
101	硫酸盐	重量法 离子色谱法 铬酸钡容量法	GB/T 11899 CJ/T 51 HJ/T 84 CJ/T 51 CJ/T 51

序号	控制项目	测定方法	方法来源
102	水温	温度计或颠倒温度计测定法 温度计法	GB/T 13195 CJ/T 51
103	粪大肠菌群	多管发酵法和滤膜法（试行）	HJ/T347
注：暂采用下列方法，待国家方法标准发布后，执行国家标准。			
1) 《环境监测技术规范(放射性部分)》，国家环境保护局。			

## 6 实施与监督

6.1 本标准由上海市和各区环境保护行政主管部门、水务行政主管部门负责监督实施。

6.2 在任何情况下，排污单位（排水户）应遵守本标准规定的水污染物排放控制要求，采取必要措施保证污染防治设施正常运行。各级环保部门、水务部门在对排污单位（排水户）进行监督性检查时，可以现场即时采样或监测的结果，作为判定排污行为是否符合排放标准以及实施相关环境保护管理措施的依据。

## 附录 A

### (规范性附录)

#### 水质 总锡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

##### A.1 方法原理

将试样或消解处理过的试样直接加入石墨炉,在石墨炉中形成的基态原子对特征电磁辐射时产生吸收,将测定的试样吸光度和按准溶液的吸光度进行比较,确定试样中被测元素的浓度。

##### A.2 适用范围

A.2.1 本操作规程适用于废水中锡的测定。

测量范围与能用仪器的特性有关。通常情况下方法最低检出限为0.013mg/L,仪器的测量范围为0.013~0.300mg/L。

##### A.2.2 干扰

废中的共存离子和化合物在常见浓度下不干扰测定,但与锡的浓度为0.05mg/L,而砷、钙、镍和磷酸根的浓度超过800mg/L,锌的浓度超过700mg/L,铵的浓度超过520mg/L,钼和碳酸根的浓度超过250mg/L,氟离子浓度超过200mg/L,镉和锰的浓度超过150mg/L,铅的浓度超过125mg/L,铜和铈的浓度超过100mg/L,镁的浓度超过50mg/L,铝的浓度超过25mg/L,硫酸根的浓度超过2mg/L,硒的浓度超过1mg/L。以及硝酸根浓度超过3%(v/v)时,将会明显干扰锡的测定。

##### A.3 仪器

原子吸收分光光度计及相应的辅助设备,配有石墨炉和背景校正器,光源选用空心阴极灯或无极放电灯。仪器操作参数参照厂家的说明进行选择。

##### A.4 试剂

A.4.1 锡标准贮备液: 1.000mg/mL。

称取1.000g 光谱纯锡粒 (99.999%), (称量前用稀硫酸洗去表面氧化物,再用去离子水去酸,烘干,冷却后称量)用10 mL 盐酸加热溶解,用10%盐酸稀释至1000mL。

A.4.2 锡标准使用液: 0.600mg/L。

用10%盐酸稀释锡标准贮备液配制。

A.4.3 硝酸 (HNO<sub>3</sub>):  $\rho = 1.42\text{g/mL}$ , 优级纯。

A.4.4 盐酸 (HCl):  $\rho = 1.19\text{g/mL}$ , 优级纯。

A.4.5 高氯酸 (HClO<sub>3</sub>):  $\rho = 1.67\text{g/mL}$ , 优级纯。

A.4.6 硝酸钯溶液:

称取硝酸钯0.108 g溶于10mL(1+1)硝酸,用水定容至500mL,每mL含Pd 10ug。

A.4.7 重铬酸钾溶液: 15mg/mL。

称取15.000g 重铬酸钾 (G.R 级), 溶于适量去离子水中, 用水稀释至1000mL。

## A. 5 采样和样品制备

### A. 5.1 定义

A. 5.1.1 溶解的金属: 未酸化的样品中能通过0.45 μ m滤膜的金属。

A. 5.1.2 金属总量: 未经滤膜的样品消解后测得的金属, 或样品中溶解和悬浮的两部分金属的含量。

### A. 5.2 采样

用聚乙烯塑料瓶或玻璃瓶采集样品。分析金属总量的样品, 采集后立即加硝酸 (A.4.3) 酸化至pH 1~2, 正常情况下, 每升样品中加入2mL 硝酸 (A.4.3)。

### A. 5.3 试样的制备

分析溶解的金属时, 样品采集后立即用0.45 μ m 滤膜过滤, 滤液按 (A.5.2)中的要求酸化后储存于聚乙烯塑料瓶或玻璃瓶中。

### A. 5.4 试样的保存

经酸化的试样, 常温下可保存一个月。

## A. 6 分析步骤

### A. 6.1 试样的制备

A. 6.1.1 测定溶解金属时, 用 (A.5.3)制备的试样, 按 (A.7.1.2)步骤测定。

A. 6.1.2 测定金属总量时, 若样品不需要消解, 取适量试样 (<30ug锡), 按 (A.7.1.2) 步骤测定。若样品需消解, 移取50.0mL试样置于100mL烧杯中, 按 (A.6.1.3)步骤消解, (A.7.1.2)步骤测定。

A. 6.1.3 取50.0mL混合均匀试样, 加入5mL硝酸 (A.4.3), 在电热板上加热至近干, 再加入1~2mL高氯酸 (A.4.5), 加热冒烟至近干。若试样仍混浊不清, 颜色较深, 再补加1mL高氯酸 (A.4.5)继续消解至试液清澈透明, 呈浅色或无色, 并蒸至近干。取下稍冷, 加10mL硝酸溶液 (A.4.3)溶解可溶性盐类。若出现沉淀, 用中速滤纸滤入50mL容量瓶中, 用去离子水稀释至刻度。

### A. 6.2 空白试验溶液的制备

在测定试样的同时, 用去离子水代替试样, 配制全程序空白溶液, 按 (A.7.1.2)步骤测定。

### A. 6.3 校准溶液系列的制备

参照表A.1, 在10mL 具塞比色管中, 加入锡标准使用液 (A.4.1)和1mL 重铬酸钾溶液 (A.4.7), 配制至少5 个工作标准溶液, 用去离子水定容至10mL, 具浓度范围应包括试样被测元素的浓度。

表A.1 校准曲线的绘制

锡标准使用液(A. 4. 2)加入体积(mL)	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
工作标准溶液浓度(mg/L)	0.000	0.060	0.120	0.180	0.240	0.300

## A. 7 校准和测定

### A. 7. 1 光谱测量

A. 7. 1. 1 表A.2和表A.3是仪器测试的各项参数。

表A.2 仪器工作参数

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通常 (nm)	载气
锡	286.3	10	0.4	氩气

表A. 3 仪器分析的各项参数

阶段	温度 (°C)	时间 (s)
干燥	80~120	20
灰化	400~400	10
原子化	2700~2700	5
清洗	2800~2800	3

A. 7. 1. 2 根据表A.2和表A.3选择仪器各参数，设置石墨炉升温程序，空烧至石墨炉稳定。向石墨管内加入空白液，工作标准液和试样，记录吸光度。

A. 7. 1. 3 根据扣除空白液吸光度后的样品吸光度，从校准曲线 (A.7.2.2)上查出样品中的锡浓度。

### A. 7. 2 绘制校准曲线

A. 7. 2. 1 将 (A.6.3)所制备的标准系列，按 (A.7.1.2)步骤测定。

A. 7. 2. 2 用测得的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

## A. 8 结果表示

锡的浓度按下式计算：

$$C = \frac{W}{V}$$

式中：

C——试样中锡的浓度，mg/L；

W——试样中锡的含量，mg；

V——试样的体积，mL。

报告结果时要注明测定的是溶解的金属还是金属总量。

## A. 9 精密度和准确度

见表A.4。

表A.4 仪器分析的各项参数

测量数	平均值 mg/L	标准偏差 mg/L	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)
6	0.180	0.011	6.13	92.4

#### A. 10 注意事项

A. 10.1 实验用的玻璃或塑料器皿用洗涤剂洗净后，在硝酸溶液 (A.4.3)中浸泡，使用前用水洗净。

A. 10.2 在配制标准溶液时，使用的稀释液应为10% $\text{HCl}$ ，以避免水解。

A. 10.3 由于仪器的不同，本方法的仪器分析参数可根据各仪器的情况进行调整。



## 附录 B

### (规范性附录)

#### 水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

##### B.1 方法原理

分别在碱性和酸性条件下,以二氯甲烷萃取水和废水中的半挥发性有机化合物,被浓缩后的有机溶液可直接进行GC-MS分析,或者经过进一步净化,再以GC-MS检测。

##### B.2 适用范围

本方法的检出限见表B.1和表B.2,但它随仪器和操作条件而变,适用于饮用水、地表水、地下水、海水和工业废水等的监测。

表B.1 碱-中性可萃取有机物

化合物	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)	检出限 (μg/L)
苯并[a]芘	252	253、125	2.5
邻苯二甲酸二丁酯	149	150、104	2.5
邻苯二甲酸二正辛酯	149	167、43	2.5

表B.2 酸性可萃取有机物

化合物	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)	检出限 (μg/L)
苯酚	94	66、65	1.5
2,4-二氯苯酚	162	164、98	2.7
2,4,6-三氯苯酚	196	198、200	2.7
3-甲酚	107	108、77	2.0
五氯酚	266	264、2368	3.6

##### B.3 仪器

B.3.1 气相色谱法-质谱仪, EI源, 带分流/不分流进样口。

B.3.2 自动进样器, 样品瓶1.5mL。

B.3.3 旋转蒸发器或K-D浓缩器。

B.3.4 10 μl微量注射器。

B.3.5 2L分液漏斗。

B.3.6 300mL具塞三角烧瓶。

B.3.7 300mL具塞茄型烧瓶(旋转蒸发器用)。

B.3.8 10mL具塞试管。

B.3.9 10mL容量瓶。

## B. 4 试剂

B. 4. 1 二氯甲烷，残留农药分析纯。

B. 4. 2 正己烷，残留农药分析纯。

B. 4. 3 丙酮，残留农药分析纯。

B. 4. 4 氯化钠，优级纯，在350℃下加热6h，除去表面吸附的有机化合物，冷却后保存于干净的试剂瓶中。

B. 4. 5 无水硫酸钠，优级纯，在400℃下加热6h，除去表面吸附的有机化合物，冷却后保存于干净的试剂瓶中。

B. 4. 6 氢氧化钠，优级纯，配制成10mol/L水溶液。

B. 4. 7 浓硫酸，优级纯，配制成1: 1的水溶液。

B. 4. 8 净化水，用正己烷洗涤过的蒸馏水或纯净水。

## B. 5 标准溶液

B. 5. 1 准确称取0. 0100g的标准纯品（纯度在96%以上），溶解在丙酮或者其他合适的有机溶剂中，之后定容至10mL容量瓶中，作为标准贮备溶液（浓度为1000mg/L）。或者购置商品标准贮备溶液。

B. 5. 2 将标准贮备溶液转移至带聚四氟乙烯密封垫的螺旋盖样品瓶中，在-10℃以下的温度下避光保存。

B. 5. 3 推荐的內标和回收率指示物见表B.3，准确称取化合物0. 100g，溶于少量的二硫化碳中，转移至10mL容量瓶中并用丙酮稀释至刻度，最终溶液中二硫化碳浓度约为20%。除茈-d12外，大多数化合物可溶解于少量的甲醇、丙酮或甲苯中。该溶液中各化合物浓度分别为1000 μ g/mL，-10℃以下避光保存。使用时将该溶液用丙酮稀释至100 μ g/mL，每1000mL水样中加入1mL此溶液，样品中每种回收率指示化合物的浓度为100 μ g/L。

B. 5. 4 GC-MS校准溶液为50 μ g/mL十氟三苯基膦（DFTPP）的二氯甲烷溶液。

表B.3 推荐的內标和回收率指示物

碱-中性提取组分		酸性提取组分	
化合物	定量离子	化合物	定量离子
1, 4-二氯苯-d4	152 、 150	苯酚-d6	99、 42、 71
萘-d8	136	2-氟苯酚	112 、 64
二氢茈-d10	164 、 162	2, 4, 6-三溴苯酚	330 、 332
菲-d10	188	萘-d8	136
屈d12	240 、 120 、 236	1, 4-二氯苯-d4	152 、 150
茈-d12	264 、 260 、 265	二氢茈-d10	164 、 162
硝基苯-d5	82、 128	菲-d10	188

二氟联苯	172、171		
对三联苯-d14	244		

## B.6 采样和样品制备

### B.6.1 采样

B.6.1.1 样品必须采集在玻璃瓶中，在采样之前用样品反复冲洗采样瓶。自采样后到萃取时，所有样品必须在4℃冷藏，水样充满样品瓶，如果有余氯存在，每1000mL样品中需要加入80mg硫代硫酸钠。所有样品必须在7d之内完成萃取，萃取液在40d之内完成分析。

## B.7 分析步骤

### B.7.1 萃取

B.7.1.1 将1L水样加入到2L分液漏斗中，加入1.00mL回收率指示化合物标准溶液，混合均匀。用广泛pH试纸检查样品pH值，加入氢氧化钠溶液调节pH值大于11。样品瓶中加入60mL二氯甲烷，振摇30s冲洗瓶壁，之后转移至分漏斗中。振动分液漏斗5min并周期性放气释放压力，静置10min，使有机相分层。如果乳化现象严重，需要采用机械手段完成两相分离，包括搅动、离心、用玻璃棉过滤等方法破乳（也可采用冷冻的方法破乳）。将二氯甲烷相收集在300mL三角烧瓶中，水相中再加入60mL二氯甲烷，重复上述液液萃取过程，将二氯甲烷相结合并到300mL三角烧瓶中。以同样的方法重复第三次萃取，将合并的萃取物标明为碱-中性组分。

B.7.1.2 用硫酸溶液将水相pH值调至小于2，分别用60mL二氯甲烷萃取酸化的水相三次，合并二氯甲烷相，萃取物标明为酸性组分。

B.7.1.3 全部二氯甲烷相中加入少量无水硫酸钠，放置25min干燥，将二氯甲烷过滤至300mL茄形瓶中，用旋转蒸发器浓缩至2mL（也可用K-D浓缩器完成浓缩过程），转移至10mL试管中，用N<sub>2</sub>吹脱至约1mL或更少，样品分析前加入适当的内标溶液，使其最终浓度为1 μg/mL，用二氯甲烷定容至1mL，进行GC-MS分析。

B.7.1.4 在实际样品分析过程中，根据测定目标物不同，有时需要对上述萃取溶液进行净化处理（如表B.4所示）之后，再进行GC-MS分析。

表B.4 目标分析物及净化方法

目标化合物	净化方法			
	氧化铝	佛罗里硅土	硅胶	凝胶渗透
苯胺和苯胺衍生物		√		
苯酚类			√	√
邻苯二甲酸酯类	√	√		√
亚硝基胺类	√	√		√
有机氯农药和PCBs	√	√	√	

硝基芳烃和环酮类		√		√
多环芳烃	√		√	√
卤代醚		√		√
氯代烃类化合物		√		√
有机磷农药		√		

## B. 7. 2 标准曲线

B. 7. 2. 1 用标准贮备液配制成至少五个不同浓度的校准曲线用标准溶液，每一浓度的标准溶液中加入已知量的一种或多种内标（表B.3），其中有一个标准溶液浓度接近但高于方法检出限（MDL），其余浓度应当对应实际样品中目标物的浓度。

## B. 7. 3 分析条件

B. 7. 3. 1 色谱柱：DB-5或同等石英毛细管色谱柱，柱长30m，柱内径0.25mm或0.32mm，液膜厚度1 μm。

B. 7. 3. 2 色谱分离条件：柱温40℃（4min）→10℃/min→270℃，保持直至苯并[ghi]芘流出。

B. 7. 3. 3 进样口温度：250~300℃；接口温度：250~300℃。

B. 7. 3. 4 载气（氦气）流速为30cm/s，无分流进样，进样时间2min，进样量1~2 μl。

B. 7. 3. 5 定性分析为全扫描方式，质量范围为35~500amu，扫描时间1s/scan。

B. 7. 3. 6 定量分析为选择离子检测（SIM），各化合物选择离子质量数（包括定量离子和参考离子）如表B.1和表B.2所示，内标和回收率指示物的选择离子质量数如表B.3所示。

## B. 7. 4 GC-MS系统性能测试

B. 7. 4. 1 每天分析运行开始时，都必须以DFTPP检查GC-MS系统是否到达性能指标要求。性能测试要求仪器参数为：电子能量70eV，质量范围35~450amu，扫描时间为每个峰至少有5次扫描，但每次扫描不超过1s。得到背景校正的DFTPP质谱后，确认所有关键质量数是否都达到表B.5的要求。

## B. 7. 5 定性分析

B. 7. 5. 1 本方法中测定的各化合物的定性鉴定是根据保留时间和扣除背景后的样品质谱图与参考质谱图中的特征离子比较完成的。参考质谱图中的特征离子被定义为最大相对强度的三个离子，或者任何相对强度超过30%的离子。

表B.5 DFTPP 关键离子和离子丰度指标

质量数	离子丰度指标	质量数	离子丰度指标
51	198 质量数的30%~60%	199	198 质量数的5%~9%
68	小于69 质量数的2%	275	198 质量数的10%~30%
70	小于69 质量数的2%	365	大于198 质量数的1%
127	198 质量数的40%~60%	441	出现，但小于443 质量数的丰度
197	小于198 质量数的1%	442	大于198 质量数的40%

198	基峰，相对丰度为100%	443	442 质量数的17%~23%
-----	--------------	-----	-----------------

## B.8 结果表示

B.8.1 定量方法为内标法，标准曲线为至少五点校正，内标浓度为1 μg/mL。在SIM检测方式下，以标准溶液中目标化合物的峰面积与内标的峰面积比对目标化合物的浓度作图，得到该目标化合物的定量校准曲线。校准曲线的线性回归系数至少为0.9990。样品溶液在与标准溶液相同的分析条件下测定，根据样品溶液中目标物与内标物的峰面积比，由定量校准曲线得到该化合物的浓度。水样中该化合物的浓度计算公式如下：

$$C_1 = \frac{C_0 \times V_0}{V_1}$$

式中：

C<sub>1</sub>——水样中目标化合物浓度， μg/L；

C<sub>0</sub>——测定浓度， μg/L；

V<sub>1</sub>——水样体积， L；

V<sub>0</sub>——萃取液体积， mL。

## B.9 精密度和准确度

B.9.1 将标准样品加入到1L纯水中，使得每种目标物的浓度为100 μg/L。与样品分析步骤相同，在样品预处理之后进行GC-MS测定。计算四次结果的平均回收（单位 μg/L）和回收结果的标准偏差（s，单位为 μg/L），表B.6为方法的精密度和准确度，可作为实验室质量控制的指标，用来判断实际样品分析的可靠性。

表B.6 方法的精密度和准确度

目标化合物	测试浓度 ( μg/L)	标准偏差限值 ( μg/L)	平均回收范围 ( μg/L)	回收率 (%)
苯并[a]芘	100	39.0	31.7~148.0	17~163
邻苯二甲酸二正丁酯	100	16.7	8.4~111.0	1~118
邻苯二甲酸二正辛酯	100	31.4	18.6~131.8	4~146
2, 4-二氯苯酚	100	26.4	52.5~121.7	39~135
五氯酚	100	48.9	38.1~151.8	14~176
苯酚	100	22.6	16.6-100.0	5~112
2, 4, 6-三氯酚	100	31.7	52.4~129.2	37~144

## 附录 C

### (规范性附录)

#### 水质 溶解性总固体的测定 称量法

##### C.1 方法原理

C.1.1 水样经过滤后，在一定温度下烘干，所得的固体残渣称为溶解性总固体，包括不易挥发的可溶性盐类、有机物及能通过滤器的不溶性微粒等。

C.1.2 烘干温度一般采用 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。但 $105^{\circ}\text{C}$ 的烘干温度不能彻底除去高矿化水样中盐类所含的结晶水。采用 $180^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 的烘干温度，可得到较为准确的结果。

C.1.3 当水样的溶解性总固体中含有多量氯化钙、硝酸钙、氯化镁、硝酸镁时，由于这些化合物具有强烈的吸湿性使称量不能恒定质量。此时可在水样中加入适量碳酸钠溶液而得到改进。

##### C.2 适用范围

本标准规定了用称量法测定生活饮用水及其水源水、废水的溶解性总固体。

本方法用于生活饮用水及其水源水、废水中溶解性总固体的测定。

##### C.3 仪器

C.3.1 分析天平，感量 $0.1\text{ mg}$ 。

C.3.2 水浴锅。

C.3.3 电恒温干燥箱。

C.3.4 瓷蒸发皿， $100\text{ mL}$ 。

C.3.5 干燥器：用硅胶作干燥剂。

C.3.6 中速定量滤纸或滤膜(孔径 $0.45\mu\text{m}$ )及相应滤器。

##### C.4 试剂

碳酸钠溶液( $10\text{g/L}$ )：称取 $10\text{g}$ 无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )，溶于纯水中，稀释至 $1000\text{mL}$ 。

##### C.5 分析步骤

C.5.1 溶解性总固体(在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘干)

C.5.1.1 将蒸发皿洗净，放在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱内 $30\text{min}$ 。取出，于干燥器内冷却 $30\text{min}$ 。

C.5.1.2 在分析天平上称量，再次烘烤、称量，直至恒定质量(两次称量相差不超过 $0.0004\text{g}$ )。

C.5.1.3 将水样上清液用滤器过滤。用无分度吸管吸取过滤水样 $100\text{ mL}$ 于蒸发皿中，如水样的溶解性总固体过少时可增加水样体积。

C.5.1.4 将蒸发皿置于水浴上蒸干(水浴液面不要接触皿底)。将蒸发皿移入 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱

内，1h后取出。干燥器内冷却30min，称量。

C.5.1.5 将称过质量的蒸发皿再放入105℃±3℃烘箱内30 min，干燥器内冷却30min，称量，直至恒定质量。

C.5.2 溶解性总固体(在180℃±3℃烘干)

C.5.2.1 按(C.5.1)步骤将蒸发皿在180℃±3℃烘干并称量至恒定质量。

C.5.2.2 吸取100 mL水样于蒸发皿中，精确加入25.0 mL碳酸钠溶液(C.4)于蒸发皿内，混匀。同时做一个只加25.0 mL，碳酸钠溶液(C.4)的空白。计算水样结果时应减去碳酸钠空白的质量。

## C.6 计算

溶解性总固体的浓度按下式计算：

$$\rho(\text{TDS}) = \frac{(m_1 - m_0) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：

$\rho(\text{TDS})$ ——水样中溶解性总固体的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$m_0$ ——蒸发皿的质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——蒸发皿和溶解性总固体的质量，单位为克(g)；

$V$ ——水样体积，单位为毫升(mL)。

## C.7 精密度和准确度

279个实验室测定溶解性总固体为170.5 mg/L的合成水样，105℃烘干，测定的相对标准偏差为4.9%。相对误差为2.0%；204个实验室测定同一合成水样，180℃烘干测定的相对标准偏差为5.4%，相对误差为0.4%。

## 附录 D

## (规范性附录)

## 水质 甲醇的测定 气相色谱法

## D.1 方法原理

本方法采用直接进水样方法,用氢火焰离子化检测器(FID)气相色谱法测定水和废水中的甲醇含量。以保留时间定性,峰高或峰面积外标法定量。

## D.2 适用范围

本方法适用于测定水和废水中的甲醇含量。

## D.3 仪器

D.3.1 气相色谱仪,配火焰离子化检测器和数据处理系统,手动或自动进样。

D.3.2 DB—WAX 30m×0.53mm×1.0μm 毛细管柱。

D.3.3 40mL采样瓶。

D.3.4 2mL进样小瓶。

D.3.5 10μL微量注射器。

D.3.6 100μL定量注射器。

D.3.7 500μL定量注射器。

## D.4 试剂

D.4.1 蒸馏水:蒸馏水的定义为在欲分析物质的方法检出限 (MDL)观察不到干扰物的水。

D.4.2 甲醇:分析纯。

D.4.3 标准贮备溶液:在一干净的2mL进样小瓶中,先加入1mL的蒸馏水,再加入1μL的甲醇分析纯,配成浓度为790mg/L的标准贮备溶液。此贮备液在4℃,可保存六个月。

D.4.4 贮备液在六个月后更换,如果和校核标准比较,表明有问题时则须立即更换。

## D.5 分析步骤

## D.5.1 标准曲线的制作

用蒸馏水稀释配制标准,单位(mg/L)。

D.5.1.1 取8个1mL容量小瓶,先分别加入蒸馏水少许 再依次加入标准贮备液 1.0L、 2.0L、 5.0L、 10.0L、 20.0L、 50.0L、 100L、 200L,再稀释至刻度,配成一系列标准溶液。

D.5.1.2 从低至高依次进样1.0μL分析,以甲醇的峰高或峰面积积分,绘制校准曲线。

$$Y = aX + b$$



### D.5.2 气相色谱条件

进样口温度：200℃；检测器温度：200℃；柱温：60℃；流速：8mL/min。点燃氢焰。  
等仪器稳定，基线走平后，进行分析。

### D.5.3 水样的测定

取水样适量 (1~1.5mL)于2mL 进样小瓶中，抽取1μL 直接注入色谱仪进行分析。如果超过标准曲线，则稀释进样。一般按以下分析顺序进行分析：①初始校准曲线或线性校正点；②方法空白；③实验室空白加标；④样品分析；⑤样品平行；⑥样品分析；⑦样品平行；⑧样品加标；⑨样品加标平行；⑩线性校正点。

### D.5.4 质量控制

D.5.4.1 在处理任一样品前，分析人员应通过以蒸馏水为试剂空白的分析，证明来自分析系统、玻璃器皿及试剂的干扰是在控制中的。每次提取一组样品或更换试剂，应分析试剂水空白作为经常的实验室沾污的安全防备。空白样品应经过样品制备和测量步骤的所有阶段。

D.5.4.2 对每批分析的样品 (多至20个样品)必须分析试剂空白、空白加标、样品加标和样品加标平行双样或平行双样。空白和加标样品必须经过样品制备和测量步骤的所有阶段。每12个小时，在进行样品分析前进行一次校准标样的分析以验证校准曲线和保留时间。

D.5.4.3 每一批样品必须有一个空白加标样品，空白加标回收率必须在80%~120%。

$$\text{回收率} = 100\% \times (SSR - SR) / SA$$

式中：

SSR——加标样品测定浓度；

SR——样品测定浓度；

SA——加标量。

D.5.4.4 每一批样品必须有一个加标样品，加标回收率必须在70%—130%。

D.5.4.5 每一批样品必须分析一个平行样，平行样相对百分误差控制在20%以内；

$$\text{相对百分误差}(RPD) = \frac{2 \times (D1 - D2)}{D1 + D2} \times 100\%$$

式中：

RPD——相对百分误差；

D1——第一次样品测定值；

D2——第二次样品测定值。

## D.6 结果表示

直接进样的计算：

$$C = [(a \times A + b)] \times D$$

式中：

C——样品浓度(mg/L)；

A——校正曲线斜率；

H——样品峰面积；

b——校正曲线截距；

D——稀释倍数。

## D.7 精密度和准确度

以浓度为15.8mg/L 的标准溶液进行甲醇水样方法精密度的测定和以加标浓度为15.8mg/L 的实际样品进行甲醇水样方法准确度的测定，见表D.1。

表D.1 甲醇水样方法精密度和准确度的测定

精密度		准确度		
样品	测定值(mg/L)	样品	测定值(mg/L)	加标回收率(%)
第1次进样	14.9066	第1次进样	13.8508	87.66%
第2次进样	15.1144	第2次进样	14.0096	88.67%
第3次进样	15.1435	第3次进样	14.3552	90.86%
第4次进样	14.9319	第4次进样	13.9648	88.38%
第5次进样	14.8674	第5次进样	14.7372	93.27%
第6次进样	14.9279	第6次进样	14.9373	94.54%
第7次进样	15.3769	第7次进样	15.0378	95.18%
第8次进样	14.6769	第8次进样	15.1007	95.57%
平均值 (mg/L)	14.9932	标准值	15.8000	
标准偏差(SD)	0.2124	回收率均值		91.77%
变异系数(CV)	1.42%			

## D.8 注意事项

D.8.1 在运输及贮存期间，挥发性有机物（特别是氯氟烃类和二氯甲烷）通过样品容器衬垫的

扩散可以使样品受到污染。用试剂水制备现场样品空白，经过采样及以后的贮存和处理步骤，可用以检查这种污染。

D.8.2 剩余的污染可能发生在异常浓度样品的分析中。为了减少潜在的剩余物，样品的注射针必须在每个样品之间用合适的溶剂冲洗。无论何时遇到异常浓度样品，都应随之用溶剂空白来检查是否有交叉污染。

D.8.3 火焰离子化检测器 (FID)是非选择性检测器。样品中许多非目标化合物的存在对分析是一种潜在的干扰。水峰、丙酮、异丙醇、乙醇、乙腈、丙烯腈、丙烯醛等对实验没有干扰。

D.8.4 实验结束后需烘烤色谱柱1小时，以防色谱柱的污染。也可用极性或非极性的溶剂进行淋洗，如甲醇、丙酮或二氯甲烷，推荐使用二氯甲烷。

#### D.8.5 水样的保存方法

甲醇是挥发性有机物，用标准40mL 玻璃螺旋盖VOA小瓶，具聚四氟乙烯表面涂有硅酮的垫片。采集样品时须将液体和固体慢慢地导入到小瓶中，这样可减少由于搅拌而引起挥发性化合物的逸出，装样时不留气泡。如果需要长时间保存，可调节pH为4~5，冷却至4℃，可保存14天。

## 附录 E

## (规范性附录)

## 水质 总大肠菌群的测定 多管发酵法

## E.1 适用范围

本标准规定了用多管发酵法测定生活饮用水及其水源、废水中的总大肠菌群。

本法适用于生活饮用水及其水源水、废水中总大肠菌群的测定。

## E.2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

## E.2.1 总大肠菌群

总大肠菌群指一群在37℃培养24h能发酵乳糖、产酸产气、需氧和兼性厌氧的革兰氏阴性无芽孢杆菌。

## E.3 培养基与试剂

## E.3.1 乳糖蛋白胨培养液

## E.3.1.1 成分

A 蛋白胨	10g	
B 牛肉膏	3g	
C 乳糖	5g	
D 氯化钠	5g	
E 溴甲酚紫乙醇溶液（16g/L）		1mL
F 蒸馏水	1000mL	

## E.3.1.2 制法

将蛋白胨、牛肉膏、乳糖及氯化钠溶于蒸馏水中，调整PH7.2—7.4，再加入1mL16g/L的溴甲酚紫乙醇溶液，充分混匀，分装于装有倒管的试管中，68.95kPa(115℃，101b)高压灭菌20min，储存于冷暗处备用。

## E.3.2 二倍浓缩乳糖蛋白胨培养液

按上述乳糖蛋白胨培养液（E.3.1），除蒸馏水外，其他成分加倍。

## E.3.3 伊红美蓝培养基

## E.3.3.1 成分

A 蛋白胨	10g
B 乳糖	10g

C 磷酸氢二钾	2g
D 琼脂	20g~30g
E 蒸馏水	1000mL
F 伊红水溶液（20g/L）	20mL
G 美蓝水溶液（5g/L）	13mL

### E. 3. 3. 2 制法

将蛋白胨、磷酸盐和琼脂溶解于蒸馏水中，校正pH为7.2，加入乳糖，混匀后分装，以68.95kPa(115℃，101b)高压灭菌20 min。临用时加热融化琼脂，冷至50℃~55℃，加入伊红和美蓝溶液，混匀，倾注平皿。

### E. 3. 4 革兰氏染色液

#### E. 3. 4. 1 结晶紫染色液

A 成分：

a 结晶紫	1g
b 乙醇（95%，体积分数）	20mL
c 草酸胺水溶液（10g/L）	80mL

B 制法：将结晶紫溶于乙醇中，然后与草酸胺溶液混合。

#### E. 3. 4. 2 革兰氏碘液

A 成分：

a 碘	1g
b 碘化钾	2g
c 蒸馏水	300mL

B 制法：将碘和碘化钾先进行混合，加入蒸馏水少许，充分振摇，待完全溶解后，再加蒸馏水。

#### E. 3. 4. 3 脱色剂

乙醇（95%，体积分数）。

#### E. 3. 4. 4 沙黄复染液

A 成分：

a 沙黄	0.25g
b 乙醇（95%，体积分数）	10mL
c 蒸馏水	90mL

B 制法：将沙黄溶解于乙醇中，待完全溶解后加入蒸馏水。

#### E. 3. 4. 5 染色法

A 将培养18h~24h 的培养物涂片。

B 将涂片在火焰上固定，滴加结晶紫染色液，染1min，水洗。

C 滴加革兰氏碘液，作用1min，水洗。

D 滴加脱色剂，摇动玻片，直至无紫色脱落为止，约30s，水洗。

E 滴加复染剂，复染1min，水洗，待干，镜检。

#### E. 4 仪器

E. 4. 1 培养箱：36℃±1℃。

E. 4. 2 冰箱：0℃~4℃。

E. 4. 3 天平。

E. 4. 4 显微镜。

E. 4. 5 平皿：直径为9cm。

E. 4. 6 试管。

E. 4. 7 分度吸管：1mL，10mL。

E. 4. 8 锥形瓶。

E. 4. 9 小倒管。

E. 4. 10 载玻片。

#### E. 5 检测步骤

##### E. 5. 1 乳糖发酵试验

E. 5. 1. 1 取10mL水样接种到10mL双料乳糖蛋白胨培养液中，取1mL水样接种到10mL单斜乳糖蛋白胨培养液中，另取1mL水样注入到9mL灭菌生理盐水中，混匀后吸取1mL（即0.1mL水样）注入到10mL单斜乳糖蛋白胨培养液中，每一稀释度接种5管。

对已处理过的出厂自来水，需经常检验或每天检查一次的，可直接接种5份10mL水样双料培养基，每份接种10mL水样。

E. 5. 1. 2 检测水源水时，如污染较严重，应加大稀释度，可接种1，0.1，0.01mL甚至0.1，0.01，0.001mL，每个稀释度接种5管，每个水样共接种15管。接种1mL以下水样时，必须作10倍递增稀释后，取1mL接种，每递增稀释一次，换用1支1mL灭菌刻度吸管。

E. 5. 1. 3 将接种管置36℃±1℃培养箱内，培养24h±2h，如所有乳糖蛋白胨培养管都不产气产酸，则可报告为总大肠杆菌群阴性，如有产气产酸者，则按下列步骤进行。

### E.5.2 分离培养

将产气产酸的发酵管分别转种在伊红美蓝琼脂平板上，于 $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 培养箱内培养18h~24h，观察菌落形态，挑取符合下列特征的菌落作革兰氏染色、镜检和证实试验。

深紫黑色、具有金属光泽的菌落；

紫黑色、不带或略带金属光泽的菌落；

淡紫黑色、中心较深的菌落。

### E.5.3 证实试验

经上述染色镜检为革兰氏阴性无芽孢杆菌，同时接种乳糖蛋白胨培养液，置 $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 培养箱中培养 $24\text{h} \pm 2\text{h}$ ，有产酸产气者，即证实有总大肠杆菌存在。

## E.6 结果报告

根据证实为总大肠杆菌群阳性的管数，查MPN（most probable number，最可能数）检索表，报告每100mL水样中的总大肠杆菌最可能数（MPN）值。稀释样品查表后所得结果应乘稀释倍数。如所有乳糖发酵管均阴性时，可报告总大肠杆菌未检出。