

福建省工程建设地方标准 **DB**

工程建设地方标准编号：DBJ/T 13-227-2016

住房和城乡建设部备案号：J13414-2016

福建省城镇污水处理厂污水污泥 监测技术规程

Technical specification for wastewater and sludge monitoring
of municipal wastewater treatment plant in Fujian

2016-01-25 发布

2016-06-01 实施

福建省住房和城乡建设厅 发布

福建省工程建设地方标准

福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程

**Technical specification for wastewater and sludge monitoring
of municipal wastewater treatment plant in Fujian**

DBJ/T13-227-2016

J13414-2016

主编单位：厦门市排水监测站

福建省城市建设协会

批准部门：福建省住房和城乡建设厅

实施日期：2016年6月1日

福建省住房和城乡建设厅关于批准发布 省工程建设地方标准《福建省城镇污水处理厂 污水污泥监测技术规程》的通知

闽建科 [2016] 1 号

各设区市建设局（建委），平潭综合实验区交通与建设局，各有关单位：

由厦门市排水监测站和福建省城市建设协会共同主编的《福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程》，经审查，批准为福建省工程建设地方标准，编号为 DBJ/T13-227-2016，自 2016 年 6 月 1 日起执行。在执行过程中，有何问题和意见请函告省厅建筑节能与科技处。

该标准由省厅城市建设处负责组织宣贯，由省厅负责管理。

福建省住房和城乡建设厅
二〇一六年一月二十五日

关于同意福建省《福建省混凝土结构加固修复用聚合物水泥砂浆施工及验收规程》等

地方标准备案的函

建标标备 [2016] 88 号

福建省住房和城乡建设厅：

你厅《关于报送福建省工程建设地方标准〈福建省混凝土结构加固修复用聚合物水泥砂浆施工及验收规程〉备案的函》（闽建科函[2016]30号）、《关于报送福建省工程建设地方标准〈福建省预拌砂浆生产与应用技术规程〉备案的函》（闽建科函[2016]31号）、《关于报送省工程建设地方标准〈福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程〉备案的函》（闽建科函[2016]32号）、《关于报送省工程建设地方标准〈福建省城市公共自行车规划建设与管理技术规程〉备案的函》（闽建科函[2016]34号）收悉。经研究，同意该4项目标准作为“中华人民共和国工程建设地方标准”备案，其备案号为：

福建省混凝土结构加固修复用聚合物水泥砂浆施工及验收规程

J13412-2016

福建省预拌砂浆生产与应用技术规程

J10756-2016

福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程

J13414-2016

福建省城市公共自行车规划建设与管理技术规程

J13423-2016

该4项标准的备案号，将刊登在国家工程建设标准化信息网和近期出版的《工程建设标准化》刊物上。

住房和城乡建设部标准定额司

2016年4月27日

前 言

本规程是根据福建省住房和城乡建设厅《关于印发福建省住房和城乡建设系统 2014 年第二批科学技术项目计划的通知》（闽建科[2014]21 号）的要求，编制组认真总结实践经验，参考国内外先进标准，并在广泛征求意见的基础上，制定本规程。

本规程共 9 章 2 个附录，主要技术内容是：1 总则；2 术语；3 采样；4 样品保存；5 监测项目；6 污水水质检测；7 污泥检测；8 数据整理与处理；9 质量控制和附录等。

本规程由福建省住房和城乡建设厅负责管理，由厦门市排水监测站和福建省城市建设协会负责具体技术内容的解释。执行过程中如有意见或建议，请寄送福建省住房和城乡建设厅建筑节能与科学技术处（地址：福州市北大路 242 号，邮编：350001）和厦门市排水监测站（地址：厦门市湖滨西路 89 号，邮编：361000）以供今后修订时参考。

本规程主编单位：厦门市排水监测站

福建省城市建设协会

本规程参编单位：厦门水务集团有限公司

厦门水务中环污水处理有限公司

本规程主要完成人：戴兰华 兰邵华 黄珍艺 林 静 彭育蓉

张启珍 张 洪 黄玉龙 刘美龄 陈向强

余淑蓉 廖素芬 高颖杰 谢小青

本规程主要审查人：王 岚 贾松涛 徐心沛 孙向英

胡岱平 陈晓妹 黄秀菊

目 次

1 总 则	1
2 术 语	2
3 采 样	4
3.1 一般要求.....	4
3.2 污水.....	4
3.3 污泥.....	5
4 样品保存	6
4.1 一般要求.....	6
4.2 污水.....	6
4.3 污泥.....	8
5 监测项目	9
5.1 污水.....	9
5.2 污泥.....	10
6 污水水质检测	11
6.1 一般要求.....	11
6.2 化学需氧量.....	11
6.3 五日生化需氧量.....	13
6.4 pH 值.....	16
6.5 总磷.....	18
6.6 总氮.....	20
6.7 氨氮.....	21

6.8 色度.....	23
6.9 悬浮物.....	24
6.10 粪大肠菌群.....	26
7 污泥检测.....	32
7.1 一般要求.....	32
7.2 混合液悬浮固体（MLSS）.....	32
7.3 混合液挥发性悬浮固体（MLVSS）.....	33
7.4 污泥沉降比（SV%）.....	34
7.5 污泥指数（SVI）.....	34
7.6 微生物镜检.....	35
7.7 污泥 pH 值.....	36
7.8 含水率.....	37
7.9 有机物含量.....	38
8 数据整理与处理.....	40
8.1 原始记录.....	40
8.2 检测数据的有效数字及运用规则.....	41
9 质量控制.....	46
9.1 监测人员要求.....	46
9.2 仪器管理与定期检查.....	46
9.3 分析实验室的基础条件和配置.....	47
9.4 标准溶液、工作溶液的配制及使用规定.....	49
9.5 实验室内部质量控制.....	51
9.6 实验室间质量控制.....	52

附录 A 分析方法汇总表	53
附录 B 记录表	54
本规程用词说明	68
引用标准名录	69
附：条文说明	71

CONTENTS

1 General Provisions	1
2 Terms	2
3 Sampling	4
3.1 General Requirements.....	4
3.2 Wastewater.....	4
3.3 Sludge.....	5
4 Sample preservation	6
4.1 General Requirements.....	6
4.2 Wastewater.....	6
4.3 Sludge.....	8
5 Monitoring Items	9
5.1 Wastewater.....	9
5.2 Sludge.....	10
6 Sewage Water Quality Detection	11
6.1 General Requirements.....	11
6.2 Chemical Oxygen Demand.....	11
6.3 Five Days' Biochemical Oxygen Demand.....	13
6.4 pH.....	16
6.5 Total Phosphorus.....	18
6.6 Total Nitrogen.....	20
6.7 Ammonia Nitrogen.....	21
6.8 Chroma.....	23
6.9 Suspended Solids.....	24
6.10 Fecal Coliform.....	26
7 Sludge Detection	32

7.1 General Requirements.....	32
7.2 Mixed Liquid Suspended Solids (MLSS)	32
7.3 Mixed Liquor Volatile Suspended Solids (MLVSS)	33
7.4 Settling Velocity (SV%).....	34
7.5 Switch Virtual Interface (SVI).....	34
7.6 Microscopic Examination of the Microbial	35
7.7 Sludge's pH.....	36
7.8 Moisture Content	37
7.9 Organic Content.....	38
8 Data Reduction and Processing	40
8.1 Original Record.....	40
8.2 Significant Digits and Rules of Monitoring Data	41
9 Quality Control	46
9.1 Requirements of Monitoring Personnel	46
9.2 Management and Regular Checking of Instruments	46
9.3 Basic Conditions and Configuration of Analytical Laboratory.....	47
9.4 Preparation and Application Regulations of Standard Solution and Working Solution	49
9.5 Internal Quality Control in Laboratory	51
9.6 Quality Control between Laboratories.....	52
Appendix A : Summary Table of Analysis Method	53
Appendix B : Record Form.....	54
Explanation of Wording in this Standard	68
Normative standard.....	69
Addition: Explanation of provision	71

1 总 则

1.0.1 为了规范福建省城镇污水处理厂化验室的设置和污水污泥检测，确保检测数据的科学性和准确性，制定本技术规程。

1.0.2 本规程适用于福建省内城镇污水处理厂污水、污泥及进入污水处理设施的污染源污水的基本控制项目的监测及质量控制。

2 术 语

2.0.1 污水 wastewater

本规程所涉及的污水是城镇污水，它是城镇中排入城镇污水系统的各种污水的统称，它由综合生活污水、工业废水和入渗地下水三部分组成。在合流制排水系统中，还包括被截留的雨水。

2.0.2 污泥 sludge

本规程所涉及的污泥是城镇污水处理厂污泥，它是城镇污水处理厂在污水净化处理过程中产生的初沉污泥、剩余污泥及其混合污泥，不包括栅渣、浮渣和沉砂池砂砾。

2.0.3 瞬时水样 instantaneous water sample

指从污水中不连续地随机（就时间和断面而言）采集的单一样品，一般在一定的时间和地点随机采取。

2.0.4 连续水样 continuous water sample

在同一采样点上以流量、时间、体积为基础，按照一定的比例（间歇的或连续的）混合在一起的样品，污水处理厂一般以 24h 为周期，等时、等体积混合样品。

2.0.5 活性污泥微生物镜检 microbial microscopic examination of activated sludge

通过显微镜观察活性污泥的结构、状态和颜色，同时观察污泥中微生物的数量、活性和状态。

2.0.6 全程序空白试验 procedure blank test of whole process

实验室内全程序空白试验通常用蒸馏水或去离子水代替样品，其它所加的试剂和操作步骤与样品测定相同。

2.0.7 校准曲线 calibration curve

校准曲线是用于描述待测物质的浓度或量与相应的测量仪器的响应量或其他指示量之间的定量关系的曲线。校准曲线包括工作曲线（标准溶液的分析步骤与样品的分析步骤相同）和标准曲线（标准溶液的分析步骤与样品的分析步骤相比有所省略）。

2.0.8 有效数字 significance digit

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。有效数字的位数反映了计量器具（或仪器）的精密度和准确度。

2.0.9 准确度 accuracy

准确度常用以度量一个特定分析程度所获得的分析结果（单次测定值或重复测定值的均值）与假定的或公认的真值之间的符合程度。

2.0.10 精密度 precision

精密度是使用特定的分析程序在受控条件下重复分析均一样品所得测定值之间的一致程度。它反映了分析方法或测量系统存在的随机误差的大小。

2.0.11 质量控制 quality control

质量控制是为了达到监测质量要求所采取的一切技术活动，是监测过程的控制方法，是质量保证的一部分。

3 采 样

3.1 一般要求

3.1.1 污水污泥的采样宜满足现行国家标准《水质采样方案设计技术规范》HJ495 的相关规定。

3.1.2 采集水样时不可搅动水底的沉积物并注意除去水面的杂物、垃圾等漂浮物。

3.1.3 采集污泥时，样品中的砾石、贝壳、动植物残体等杂物应予剔除并应采用塑料勺，不可使用金属勺。

3.1.4 采样时应保持采样桶和盛水器的清洁。

3.1.5 采样量应满足分析需要。

3.1.6 样品采集后应立即在样品瓶上贴上包含样品名称、采样点、采样时间、采样人、检测项目等信息的标签并在现场采样记录上作好记录。

3.2 污水

3.2.1 采样方式

应在设置的固定的进出厂水采样点采样。进厂水采样点设在总进水口，并应避免厂内排放污水、泥区排水等的影响，出厂水采样点应设在工艺处理末端的排放口。污水采样点应选择进、出水口具湍流的水质均匀的部位，根据实际情况采集具有代表性的水样，当水深大于1m时，应在表层下1/4深度处采样；水深小于或等于1m时，在水深1/2处采样。

3.2.2 采样频次

宜采集连续水样：至少每 2h 采样 1 次，24h 作一个混合样；用于检测粪大肠菌群的水样，只取瞬时水样。

3.3 污泥

3.3.1 采样方式

1 初沉池污泥和剩余污泥取样时宜先测量泥水分界面的深度再根据需要取分界面以下适当深度的泥样，并标明取样深度；

2 活性污泥取样应选取充分搅拌混合均匀的区域；

3 对于脱水后污泥则应选取新鲜制取的泥样或泥堆表层以下靠近中心部位的泥样，以免影响含水率的测定，污泥采样应采用多点取样，样品应具有代表性。

3.3.2 采样频次

污泥的采样频次为每天一次。

4 样品保存

4.1 一般要求

4.1.1 样品的保存宜满足现行国家标准《水质样品的保存和管理技术规定》HJ493 的相关规定。

4.1.2 保存的样品宜贴上标识以表明其测试状态。

4.1.3 需留样保存和分样保存的样品宜置于指定区域妥善保管，保存时间不超过规定期限，应定期或不定期对留存样品进行核查，确保样品有效。

4.2 污水

4.2.1 冷藏法：水样应在 1~5℃ 左右避光保存。

4.2.2 投加化学保存药剂法：采用投加化学药剂进行样品保存时，应在采样后立即投加化学试剂。

4.2.3 污水常规项目的样品保存及容器材质要求和洗涤方法应符合表 4.2.3 的要求

表 4.2.3 常规项目样品保存及容器材质要求和洗涤方法

序号	项目	采样容器	保存剂及用量	保存期	最少采样量 mL	容器洗涤方法	备注
1	pH	P 或 G		12 小时	250	I	尽量现场测定
2	色度	P 或 G		12 小时	250	I	尽量现场测定
3	悬浮物	P 或 G	1~5℃ 暗处	14 天	500	I	
4	化学需氧量	P 或 G	加 H ₂ SO ₄ , pH≤2	2 天	500	I	
5	五日生化需氧量	溶解氧瓶	1~5℃ 暗处 冷藏	12 小时	1000	I	
6	总磷	P 或 G	加 H ₂ SO ₄ 或 HCl 酸化至 pH≤ 2	24 小时	250	II	
7	氨氮	P 或 G	加 H ₂ SO ₄ 酸化, pH ≤2	24 小时	250	I	
8	总氮	P 或 G	加 H ₂ SO ₄ 酸化, pH 1~2	7 天	250	I	
9	粪大肠菌群	灭菌 硬质 玻璃 瓶	1~5℃ 冷藏	尽快			

注：1) P 为聚乙烯瓶（桶），G 为硬质玻璃瓶。

2) I、II 表示两种洗涤方法如下：

I：洗涤剂洗一次，自来水洗三次，蒸馏水一次。

II：铬酸洗液洗一次，自来水洗三次，蒸馏水一次。如果采集污水样品可省去用蒸馏水、去离子水清洗的步骤。

3) 经 160℃ 干热灭菌 2h 的粪大肠菌群采样容器或经 121℃ 高压蒸汽灭菌 15min 的干燥采样容器，必须在两周内使用，否则应重新灭菌。粪大肠菌群监测项目采样时不能用样品冲洗采样容器，不能采混合样品，应单独采样后 2h 内送实验室分析。

4.3 污泥

污泥样品采集后，用塑料袋或磨口广口玻璃瓶盛装且密封，并在1~5℃左右避光保存。

5 监测项目

5.1 污水

5.1.1 为保证污水处理厂出水水质达标，污水处理厂厂级化验室对污水厂进出水水质应检测以下主要监测项目，详见表 5.1.1。《城镇污水处理厂污染物排放标准》(GB18918)所要求的其它指标建议委托有资质的监测机构监测。

表 5.1.1 污水监测项目

序号	监测项目
1	化学需氧量 (COD _{Cr})
2	五日生化需氧量 (BOD ₅)
3	pH
4	总磷 (以 P 计)
5	总氮 (以 N 计)
6	氨氮 (以 N 计)
7	色度
8	悬浮物 (SS)
9	粪大肠菌群数

5.2 污泥

5.2.1 为保证污水处理厂的正常运行及污泥的最终处置，污水处理厂厂级化验室对污水厂活性污泥及脱水污泥应检测以下主要监测项目，详见表 5.2.1。《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB18918）所要求的其它指标建议委托有资质的监测机构监测。

表 5.2.1 活性污泥及脱水污泥的主要监测项目

序号	监测项目
1	混合液悬浮固体（MLSS）
2	挥发性悬浮固体（MLVSS）
3	污泥沉降比（SV%）
4	污泥容积指数（SVI）
5	微生物镜检
6	pH
7	含水率
8	有机物含量

6 污水水质检测

6.1 一般要求

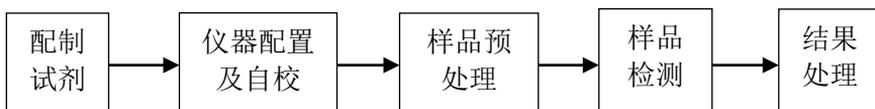
6.1.1 除非另有说明，本规程所用的试剂为分析纯试剂。

6.1.2 除非另有说明，本规程所用的实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

6.1.3 规程中使用的标准溶液或标准样品建议购买国家环境保护总局标准样品研究中心或国家标物中心提供的有证标准物质。

6.1.4 检测过程需做的空白实验就是用蒸馏水或无氨水代替试样，并加入与样品测定时相同体积的试剂，按样品分析的步骤进行测定。

6.1.5 一般检测工作宜按下列流程进行：



6.2 化学需氧量

6.2.1 试剂

- 1 硫酸银 (Ag_2SO_4);
- 2 硫酸汞(HgSO_4);
- 3 硫酸(H_2SO_4), $\rho=1.84\text{g/mL}$;
- 4 硫酸银-硫酸试剂;
- 5 重铬酸钾标准溶液;
- 6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液;

- 7 化学需氧量标准样品；
- 8 试亚铁灵指示剂溶液；
- 9 玻璃珠或沸石。

6.2.2 仪器

- 1 带有 24 号标准磨口的 250 mL 锥形瓶的全玻璃回流装置，回流冷凝管长度为 300~500mm 球形冷凝管；
- 2 加热装置：COD 消解器或电炉；
- 3 25 mL 或 50 mL 酸式滴定管。

6.2.3 分析步骤

1 取 20.00mL 混合均匀的水样（或适量水样稀释至 20.00mL）于 250mL 的磨口锥形瓶中（当废水中氯离子含量超过 30mg/L 时，应先把 0.4g 硫酸汞加入回流锥形瓶中，再加 20.00mL 水样，摇匀），准确加入 10.00mL 重铬酸钾标准溶液及数粒洗净的玻璃珠，缓慢地加入 30mL 硫酸银-硫酸溶液，轻轻摇动锥形瓶使溶液混匀，迅速连接冷凝管，加热回流 2h（自开始沸腾时计时）。冷却后，用 80mL 水从冷凝管上部慢慢冲洗冷凝管壁，取下锥形瓶。溶液总体积不得少于 140mL，否则因酸度太大，滴定终点不明显；

2 溶液再度冷却后，加 3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点，记录硫酸亚铁铵标准滴定溶液的用量 V_2 (mL)；

3 空白试验：记录下空白滴定时消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的毫升数 V_1 (mL)；

4 验证试验：按测定样品提供的步骤分析标准样品，测定结果

在误差范围内，即可认为测定条件和步骤基本上是适宜的，否则必须寻找失败的原因，重复实验，使之达到要求。

6.2.4 结果计算

以 mg/L 计的化学需氧量，计算公式如下：

$$\text{COD}(\text{mg/L}) = \frac{C(V_1 - V_2) \times 8000}{V_0} \quad (6.2.4)$$

式中：

C——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度（mol/L）；

V₁——空白试验所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积（mL）；

V₂——水样测定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积（mL）；

V₀——水样的取样体积（mL）；

8000—— $\frac{1}{4}$ O₂ 的摩尔质量以 mg/L 为单位的换算值。

对 COD 值小的水样，当计算出 COD 值小于 10mg/L 时，应表示为“COD<10mg/L”。

6.3 五日生化需氧量

6.3.1 试剂

- 1 接种液；
- 2 磷酸盐缓冲溶液；
- 3 硫酸镁溶液；
- 4 氯化钙溶液；
- 5 氯化铁溶液；
- 6 稀释水；

- 7 接种稀释水；
- 8 盐酸溶液， $C_{(\text{HCl})}=0.5\text{mol/L}$ ；
- 9 氢氧化钠溶液， $C_{(\text{NaOH})}=0.5\text{mol/L}$ ；
- 10 丙烯基硫脲硝化抑制剂， $\rho(\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S})=1.0\text{g/L}$ ；
- 11 生化需氧量标准样品。

6.3.2 仪器

- 1 溶解氧瓶：带水封装置，容积250~300mL；
- 2 稀释容器：500~1000 mL的量筒；
- 3 虹吸管；
- 4 溶解氧测定仪；
- 5 带风扇的恒温培养箱： (20 ± 1) °C；
- 6 曝气装置：多通道空气泵或其他曝气装置。

6.3.3 样品预处理

如果水样的pH不在6~8之间，先做单独实验，确定中和样品所需要用的0.5mol/L盐酸溶液或0.5mol/L氢氧化钠溶液的量，再中和样品，不管有无沉淀形成。

6.3.4 非稀释法

1 若样品中的有机物含量较多， BOD_5 的质量浓度不大于6mg/L，且样品中有足够的微生物，可直接取样测定；

2 若样品中的有机物含量较少， BOD_5 的质量浓度不大于6mg/L，且样品中无足够的微生物，用非稀释接种法，非稀释接种法每升水样加入适量的接种液，若需抑制硝化作用，则在每升稀释样品中加入2mL的丙烯基硫脲硝化抑制剂；

3 非稀释接种法，每升稀释水中加入与试样中相同量的接种液作为空白试样，若试样中有加丙烷基硫脲硝化抑制剂，那么空白试样中也应加入相同体积的抑制剂。

6.3.5 稀释与接种法

1 若样品中的有机物含量较多， BOD_5 的质量浓度大于 6mg/L 时，样品必须适当稀释后测定，样品中有足够多的微生物，采用稀释法；无足够的微生物，则采用稀释接种法；

2 将已知体积样品置于稀释容器中，用稀释水或接种水稀释，轻轻地混合，避免夹杂空气泡，若需抑制硝化作用，则应在每升稀释样品中加入 2mL 的丙烷基硫脲硝化抑制剂；

3 稀释法测定，空白试样为稀释水；稀释接种法测定，空白试样为接种稀释水。若样品中有加丙烷基硫脲硝化抑制剂，那么空白试样中也应加入相同体积的抑制剂；

4 按确定的稀释倍数，将一定体积的水样用虹吸管加入已加部分稀释水或接种稀释水的量筒中，再加稀释水或接种稀释水至刻度，用搅拌棒轻轻混匀，避免产生气泡。用虹吸管将稀释好的水样充满培养瓶至稍溢出，为防止水样中的溶解氧质量浓度的改变，要轻轻敲打瓶壁，将所有附着在瓶壁上的气泡赶掉，测定培养前水样中的溶解氧的浓度，盖上瓶盖，小心避免夹带空气泡，加上水封，在瓶盖外罩上一个密封罩（可采用保鲜袋蒙住，并用橡皮筋扎紧，防止培养期间水封水蒸发干），再将密封的培养瓶放入恒温培养箱中培养 $5\text{d} \pm 4\text{h}$ ，测定培养后水样中溶解氧的质量浓度。

6.3.6 验证试验

为了检验分析人员的技术水平，需进行验证试验。将标准样品按规定稀释，并且按照样品的测定步骤进行测定，得到的 BOD_5 值应在误差范围内。

6.3.7 结果计算

1 被测定样品若满足以下条件，则能获得可靠的测定结果：
培养 5 天后：剩余 $DO \geq 2\text{mg/L}$ 且消耗 $DO \geq 2\text{mg/L}$ ；
若不能满足以上条件，一般应舍掉该组结果。

2 五日生化需氧量 (BOD_5) 以每升消耗氧的毫克数表示，计算公式如下：

$$BOD_5 = (C_1 - C_2) \times f - (C_3 - C_4) \times (f - 1) \quad (6.3.7)$$

式中：

- C_1 ——稀释水样在培养前的溶解氧浓度 (mg/L)；
- C_2 ——培养 5 天后稀释水样的溶解氧浓度 (mg/L)；
- C_3 ——空白样在培养前的溶解氧浓度 (mg/L)；
- C_4 ——培养 5 天后空白样的溶解氧浓度 (mg/L)；
- f——样品所确定的稀释倍数。

6.4 pH 值

6.4.1 试剂

- 1 在 25℃ 时 pH 为 4.00 的标准缓冲溶液 A；
- 2 在 25℃ 时 pH 为 6.86 的标准缓冲溶液 B；
- 3 在 25℃ 时 pH 为 9.18 的标准缓冲溶液 C；

6.4.2 仪器

1 pH 计：刻度为 0.1pH 单位，并具有温度补偿装置。

2 pH 复合电极。

6.4.3 分析步骤

1 pH 计及电极的使用按说明书进行；

2 pH 计校准：

1) 电极的玻璃球泡在 3.0mol/L KCl 中浸泡 24h 后，在电极放入标准缓冲溶液前，先用去离子水冲洗。

2) 用标准缓冲溶液（所选用的标准缓冲液的 pH 值应与实际水样的 pH 值接近，一般不超过 2 个 pH 值）冲洗电极 3 次后，将电极浸入标准缓冲溶液中，摇动溶液，待读数稳定 1min 后，调整 pH 计，使其位于该标准缓冲溶液在测量温度的 pH 值处，见表 6.4.3。每次测量应使被测溶液的温度和室温相同。

3 样品测定

用蒸馏水和水样先后冲洗电极，并用滤纸揩干，然后将电极浸入水样中，小心搅拌或摇动以加速电极平衡，待读数稳定 1min 后，读出 pH 值并记录。

表 6.4.3 温度对标准溶液 pH 值的影响

温度 (°C)	标准溶液 A	标准溶液 B	标准溶液 C
0	4.00	6.98	9.46
5	4.00	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.28
20	4.00	6.88	9.23
25	4.00	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07

6.4.4 结果表示

以测定温度下的 pH 值表示，报出结果表示至一位小数。

6.5 总磷

6.5.1 试剂

- 1 硫酸 (H_2SO_4)，密度为 1.84g/mL；
- 2 硫酸 (H_2SO_4)，1+1（体积比）；
- 3 过硫酸钾溶液，50g/L；
- 4 抗坏血酸溶液，100g/L；
- 5 钼酸盐溶液；
- 6 磷标准溶液
- 7 磷标准使用液，2.00mg/L，使用当天配制。

6.5.2 仪器

- 1 医用手提蒸汽消毒器 ($1.1\sim 1.4\text{kg}/\text{cm}^2$);
- 2 50mL 磨口具塞比色管;
- 3 分光光度计。

6.5.3 分析步骤

1 将水样仔细摇匀,取 25mL 水样于具塞比色管中(如果水样中含磷浓度较高,可以减少取样量并加蒸馏水稀释至 25mL),加入 4mL 过硫酸钾,将具塞刻度管的盖塞紧后,用一块纱布和线将玻璃塞扎紧(或用其他方法固定),放入垫有纱布的大烧杯中,一起置于高压蒸气消毒器中加热,待压力达 $1.1\text{kg}/\text{cm}^2$ (相应温度为 $120\text{ }^\circ\text{C}$) 时,保持 30min 后停止加热,待压力表读数降至零后,取出放冷,然后用蒸馏水稀释至标线;

2 在消解液中加入 1mL 抗坏血酸溶液混匀,30s 后加 2mL 钼酸盐溶液充分混匀;

3 室温放置 15min 后,使用光程为 30mm 比色皿,在 700nm 波长下,以蒸馏水作参比,测定吸光度,扣除空白试验的吸光度后,从工作曲线上查得磷的含量;

4 空白试验;

5 取 7 支具塞比色管分别加入 0.0, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 10.0, 15.0mL 磷酸盐标准使用液,加水至 25mL,然后按水样的测定步骤进行处理,以蒸馏水作参比,测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后,以校正吸光度为纵坐标,对应的磷的含量为横坐标,绘制工作曲线。

6.5.4 结果计算

总磷的含量 C (mg/L) 按下式计算

$$C = \frac{m}{v} \quad (6.5.4)$$

式中:

m——通过吸光度由工作曲线查得的试液的含磷量 (μg);

v——测定时所用的水样体积 (mL)。

6.6 总氮

6.6.1 试剂

- 1 无氨水;
- 2 碱性过硫酸钾溶液;
- 3 盐酸溶液, 1+9 (体积比);
- 4 硝酸盐氮标准溶液;
- 5 硝酸盐氮标准使用液, 10.00mg/L, 使用当天配制。

6.6.2 仪器

- 1 紫外分光光度计及 10mm 石英比色皿。
- 2 医用手提式蒸气灭菌器 (压力为 1.1~1.4kg/cm²)。
- 3 25mL 具塞磨口玻璃比色管。

6.6.3 分析步骤

1 将水样仔细摇匀, 量取 10.00mL 水样于比色管中 (如果氮的含量超过 100 μg 时, 可减少取样量并加无氨水稀释至 10mL)。加入 5mL 碱性过硫酸钾溶液, 塞紧磨口塞用纱布及棉绳等方法扎紧瓶塞, 以防弹出。然后将磨口扎紧的比色管放在垫有纱布的大烧杯, 再一起置于高压锅, 待压力达 1.1kg/cm² (相应温度为 120℃) 时, 保持 30min 后停止加热, 待压力表读数降至零后, 取出冷却至室温;

- 2 在消解液中加 (1+9) 盐酸溶液 1mL, 用无氨水稀释至 25mL

标线，充分混匀。使用 10mm 石英比色皿，在紫外分光光度计上，以无氨水作参比，分别在波长为 220nm 与 275nm 处测定吸光度，并用 $A = A_{220} - 2A_{275}$ 计算出校正吸光度 A。扣除空白试验的吸光度后，从工作曲线上查得氮的含量；

3 空白试验；

4 取 8 支 25mL 具塞比色管，分别加入 0, 0.20, 0.50, 1.00, 3.00, 7.00mL 硝酸盐氮标准使用液，加无氨水稀释至 10mL，按水样分析的步骤进行测定，以无氨水为参比，测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后，以校正吸光度为纵坐标，对应的氮的含量为横坐标，绘制工作曲线。

6.6.4 结果计算

总氮含量 C_N (mg/L) 按下式计算：

$$C_N = \frac{m}{v} \quad (6.6.4)$$

式中：

m——通过吸光度由工作曲线查得的试液的含氮量 (μg)；

v——测定用水样体积 (mL)。

6.7 氨氮

6.7.1 试剂

1 无氨水；

2 纳氏试剂一：二氯化汞-碘化钾-氢氧化钾 ($\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$)；

3 纳氏试剂二：碘化汞-碘化钾-氢氧化钠 ($\text{HgI}_2\text{-KI-NaOH}$)；

4 酒石酸钾钠溶液；

5 氨氮标准溶液；

6 氨氮标准使用液，10.00mg/L，使用当天配制；

7 硫酸锌溶液，100g/L；

8 氢氧化钠溶液，250g/L。

6.7.2 仪器

1 分光光度计；

2 50mL 磨口具塞比色管。

6.7.3 分析步骤

1 100mL 水样中加入 1mL 硫酸锌溶液和 0.1~0.2mL 氢氧化钠溶液，调节 pH 约为 10.5，搅拌混合，放置使之沉淀。取上清液分析，必要时用经无氨水冲洗过的中速定性滤纸过滤，弃去初滤液 20mL。也可对絮凝后的样品离心处理；

2 取适量经过预处理的水样于 50mL 比色管中，定容至 50mL 标线，加入 1mL 酒石酸钾钠溶液，摇匀，再加入纳氏试剂一（氯化汞-碘化钾-氢氧化钾）1.5mL 或纳氏试剂二（碘化汞-碘化钾-氢氧化钠）1.0mL 摇匀；

3 放置 10min 后进行比色。在波长 420nm 下，用光程长 20mm 比色皿，以无氨水作参比，测定试样的吸光度，扣除空白试验的吸光度后，从工作曲线上查得氨氮的含量。根据待测样品的浓度也可选用 10mm 的比色皿；

4 空白试验；

5 取 8 支 50mL 具塞比色管分别加入 0, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00mL 氨氮标准使用液，加无氨水至刻度，按水样测定的步骤显色后以无氨水作参比，测定吸光度。扣除空白试验的吸光度

后，以校正吸光度为纵坐标，对应的氨氮的含量为横坐标，绘制工作曲线。

6.7.4 结果计算

氨氮含量 C_N (mg/L) 按下式计算：

$$C_N = \frac{m}{v} \quad (6.7.4)$$

式中：

m ——通过吸光度由工作曲线查得的试液的氨氮含量 (μg)；

v ——测定用水样体积 (mL)。

6.8 色度

6.8.1 试剂：

光学纯水：将 0.2 μm 滤膜在 100mL 蒸馏水或去离子水中浸泡 1h，用它过滤 250mL 蒸馏水或去离子水，弃去最初的 50mL，以后用这种水作为稀释水。

6.8.2 仪器：

50mL 具塞比色管，其标线高度要一致。

6.8.3 分析步骤

1 分别取水样和光学纯水于 50mL 具塞比色管中，充至标线，将具塞比色管放在白色表面上，具塞比色管与该表面应呈适合的角度，使光线被反射自具塞比色管底部向上通过液柱。垂直向下观察液柱，比较水样和光学纯水，描述样品呈现的色度和色调，如果可能包括透明度；

2 将水样用光学纯水逐级稀释成不同倍数，分别至于具塞比色管并充至标线，将具塞比色管放在白色表面上，用上述相同的方法与

光学纯水进行比较，将水样稀释至刚好与光学纯水无法区别为止，记下此时的稀释倍数。

6.8.4 结果表示

将逐级稀释的各次倍数相乘，所得之积取整数值，以此表达样品的色度。同时用文字描述样品的颜色深浅和色调，如果可能包括透明度。

6.9 悬浮物

6.9.1 试剂：蒸馏水。

6.9.2 仪器

- 1 滤膜过滤器；
- 2 0.45 μm 的滤膜或玻璃砂芯坩埚；
- 3 真空泵、吸滤瓶；
- 4 干燥箱；
- 5 分析天平：感量 0.1mg。

6.9.3 滤膜法

1 用扁咀无齿镊子夹取微孔滤膜放于事先恒重的称量瓶里，移入烘箱中于 103~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干半小时后取出置干燥器内冷却至室温，称其质量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的质量差 $\leq 0.2\text{mg}$ 。将恒重的微孔滤膜正确地放在滤膜过滤器的滤膜托盘上，加盖配套的漏斗，并用夹子固定好。以蒸馏水湿润滤膜，并不断吸滤；

2 用量筒量取 100mL 充分混合均匀的水样，抽吸过滤，使水样全部通过滤膜。再以每次 10mL 蒸馏水连续洗涤量筒三次，一并过滤，继续吸滤以除去痕量水分。停止吸滤后，仔细取出载有悬浮物的滤膜

放在已恒重的称量瓶里，移入烘箱中，在 103~105 ℃ 下干燥 1h 后，再放入干燥器中，使冷却到室温，称其质量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的质量差≤0.4mg 为止。

6.9.4 G3 玻璃砂芯坩埚法

1 砂芯坩埚首次使用前先用铬酸洗液浸泡数小时，再用水洗净，沥去表面水滴，于 120 ℃ 烘箱中干燥 2h。使用后，滤板上常附着沉积物，可先用水冲洗。如果沉积物是油脂类物质或其他有机物质，可先用四氯化碳或其他有机溶剂洗涤，然后用铬酸洗液浸泡过夜，最后用水冲洗洁净；

2 洗净的玻璃砂芯坩埚在 105 ℃ 干燥 1h 后，于干燥器内冷却 30min 以上，取出后立即称量，再次干燥，冷却，称量，直至恒重（即两次称量的质量差≤0.5mg）。

3 用量筒量取 100mL 充分混合均匀的水样，静置沉淀，将称量过的砂芯坩埚置于吸滤瓶上，用少量的蒸馏水润洗，用倾析过滤法过滤（即将水样上清液先行缓慢过滤，然后再过滤下层浊液），并用少量蒸馏水洗涤量筒数次，一并过滤。将载有悬浮物的砂芯坩埚，移入烘箱中，在 103~105 ℃ 下干燥 1h 后，于干燥器内冷却 30min 以上，取出后立即称量，再次干燥，冷却，称量，直至恒重（即两次称量的质量差≤0.5mg）。

6.9.5 结果计算

悬浮固体的浓度 C（mg/L）按下式计算：

$$C = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 1000 \times 1000 \quad (6.9.5)$$

式中：

m_1 ——滤膜+称量瓶质量或玻璃砂芯坩埚质量 (g);

m_2 ——悬浮物+滤膜+称量瓶质量或玻璃砂芯坩埚+悬浮物质量 (g);

V ——水样体积 (mL);

所得的结果表示至整数。

6.10 粪大肠菌群

6.10.1 多管发酵法

1 培养基

1) 单倍乳糖蛋白胨培养液;

2) 三倍乳糖蛋白胨培养液;

3) EC培养液。

2 分析步骤

1) 水样接种量

将水样充分混匀后, 根据水样污染的程度确定水样接种量。每个样品至少用三个不同的水样量接种。同一接种水样量要有五管。相对未受污染的水样接种量为10mL、1mL、0.1mL。受污染水样接种量根据污染程度接种1mL、0.1mL、0.01mL或0.1mL、0.01mL、0.001mL等。如果接种体积为10mL, 则试管内应装有三倍浓度乳糖蛋白胨培养液5mL; 如接种量为1mL或少于1mL, 则可接种于普通浓度的乳糖蛋白胨培养液10mL中;

2) 初发酵试验

将水样分别接种到盛有乳糖蛋白胨培养液的发酵管中。在 $37\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下培养 $24\text{h}\pm 2\text{h}$ 。产酸和产气的发酵管表明试验阳性。如在倒管内

产气不明显，可轻拍试管，有小气泡升起的为阳性；

3) 复发酵试验

轻微振荡初发酵试验阳性结果的发酵管，用3mm接种环或灭菌棒将培养物转接到EC培养液中。在 $44.5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下培养 $24\text{h} \pm 2\text{h}$ （水浴箱的水面应高于试管中培养基液面）。接种后所有发酵管必须在30min内放进水浴中。培养后立即观察，发酵管产气则证实为粪大肠菌群阳性；

3 结果表示

根据不同接种量的发酵管所出现阳性结果的数目，从表5.3.9-1或表5.3.9-2中查得每升水样中的粪大肠菌群。接种水样为100mL 2份、10mL 10份，总量300mL时，从表5.3.9-1查得每升水中的粪大肠菌群；其他稀释比则从表5.3.9-2中查得相应的MPN指数，MPN值再乘10，即为每升水中粪大肠菌群的MPN值。

$$\text{MPN值} = \text{MPN指数} \times \frac{10\text{ (mL)}}{\text{接种量最大的一管 (mL)}} \quad (6.10.1)$$

表6.10.1 粪大肠菌群检数表

(接种水样为100mL2份、10mL10份，总量300mL)

10mL 水量的阳性管数	100 mL 水量的阳性瓶数		
	0	1	2
	1L 水样中粪大肠菌群数	1L 水样中粪大肠菌群数	1L 水样中粪大肠菌群数
0	<3	4	11
1	3	8	18
2	7	13	27
3	11	18	38
4	14	24	52
5	18	30	70
6	22	36	92
7	27	43	120
8	31	51	161
9	36	60	230
10	40	69	>230

表 6.10.2 最可能数 (MPN) 表

(接种5份10mL水样、5份1mL水样、5份0.1mL水样时, 不同阳性及阴性情况下100mL水样中细菌数的最可能数和95%可信限值)

出现阳性份数			每 100mL 水样中 细菌数 的最可 能数	95%置信 限 值		出现阳性份数			每 100mL 水样中细 菌数的最 可能数	95%置信 限 值	
10mL 管	1mL 管	0.1mL 管		上 限	下 限	10mL 管	1mL 管	0.1mL 管		上 限	下 限
0	0	0	<2			4	2	1	26	9	78
0	0	1	2	<0.5	7	4	3	0	27	9	80
0	1	0	2	<0.5	7	4	3	1	33	11	93
0	2	0	4	<0.5	11	4	4	0	34	12	93
1	0	0	2	<0.5	7	5	0	0	23	7	70
1	0	1	4	<0.5	11	5	0	1	34	11	89
1	1	0	4	<0.5	11	5	0	2	43	15	110
1	1	1	6	<0.5	15	5	1	0	33	11	93
1	2	0	6	<0.5	15	5	1	1	46	16	120
2	0	0	5	<0.5	13	5	1	2	63	21	150
2	0	1	7	1	17	5	2	0	49	17	130
2	1	0	7	1	17	5	2	1	70	23	170
2	1	1	9	2	21	5	2	2	94	28	220
2	2	0	9	2	21	5	3	0	79	25	190
2	3	0	12	3	28	5	3	1	110	31	250
3	0	0	8	1	19	5	3	2	140	37	310
3	0	1	11	2	25	5	3	3	180	44	500
3	1	0	11	2	25	5	4	0	130	35	300
3	1	1	14	4	34	5	4	1	170	43	190
3	2	0	14	4	34	5	4	2	220	57	700
3	2	1	17	5	46	5	4	3	280	90	850
3	3	0	17	5	46	5	4	4	350	120	1000
4	0	0	13	3	31	5	5	0	240	68	750
4	0	1	17	5	46	5	5	1	350	120	1000
4	1	0	17	5	46	5	5	2	540	180	1400
4	1	1	21	7	63	5	5	3	920	300	3200
4	1	2	26	9	78	5	5	4	1600	640	5800
4	2	0	22	7	67	5	5	5	≥2400		

6.10.2 滤膜法

1 培养基

M-FC 培养基。

2 仪器:

- 1) 恒温培养箱;
- 2) 不锈钢抽滤装置。

3 分析步骤

1) 水样量的选择: 水样量的选择根据水样中预测的粪大肠菌群的密度而定。先估计出适合在滤膜上计数所应使用的体积, 然后再取这个体积的1/10和10倍, 分别过滤。理想的水样体积是以一片滤膜上生长 20~60 个粪大肠菌群菌落, 总菌落数不得超过200个为标准;

2) 滤膜及滤器的灭菌: 将滤膜放入高压蒸汽灭菌器中, 于121 ℃下灭菌10min, 10min一到, 然后将蒸汽迅速放出, 以尽量减少滤膜上凝集的水分。滤器可用点燃的酒精棉球火焰灭菌, 以无菌操作把滤器装置装好;

3) 过滤: 用无菌镊子夹取灭菌滤膜边缘, 将粗糙面向上, 贴放在已灭菌的滤床上, 稳妥地固定好滤器。将适量的水样注入滤器中, 加盖, 开动真空泵即可抽滤除菌;

4) 培养: 将滤过水样的滤膜置于琼脂或吸收垫表面, 将培养皿紧密盖好后, 放在密封袋中, 袋中放置湿棉球, 以保持一定的湿度, 然后将密封袋置于能准确恒温于 $44.5\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温培养箱中, 经 $24\text{h}\pm 2\text{h}$ 培养。也可采用恒温水浴培养, 则需用防水胶带贴封每个平皿, 将培养皿成叠封入防水塑料袋或容器内, 浸没在

44.5℃±0.5℃恒温水浴中。在培养时间内，装培养皿的塑料袋必须用重物坠于水面之下，以保持培养温度为44.5℃±0.5℃。

4 结果的计算

粪大肠菌群菌落在M-FC培养基上呈蓝色或蓝绿色，其他非粪大肠菌群菌落呈灰色、淡黄色或无色。正常情况下，由于温度和玫瑰酸盐试剂的选择性作用，在M-FC培养基上很少见到非粪大肠菌群菌落。必要时可将可疑菌落接种于EC培养液，44.5℃±0.5℃培养24h±2h，如产气则证实为粪大肠菌群。计数呈蓝或蓝绿色的菌落，计算出每1L水样中的粪大肠菌群数。

$$\text{粪大肠菌群菌落数 (个/L)} = \frac{\text{滤膜上生长的粪大肠菌群菌落数} \times 1000}{\text{过滤水样量 (mL)}} \quad (6.10.2)$$

7 污泥检测

7.1 一般要求

7.1.1 除非另有说明，本规程所用的试剂为分析纯试剂。

7.1.2 除非另有说明，本规程所用的实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

7.1.3 配置感量为 0.001g 的电子天平。

7.2 混合液悬浮固体（MLSS）

7.2.1 仪器

- 1 布氏漏斗；
- 2 真空泵；
- 3 烘箱；
- 4 电子天平。

7.2.2 测定步骤

用量筒量取 100mL 曝气池中的混合液，于抽滤装置中过滤，然后用蒸馏水冲洗量筒三次，过滤完毕后，将滤纸连同滤渣小心折成半圆，放置在蒸发皿中，置于 103℃~105℃ 的烘箱中烘 2h，放入干燥器中冷却 0.5h 后称重，重复烘干，直至恒重（两次称量质量之差不大于 0.001g）。

7.2.3 结果计算

$$\text{MLSS}(\text{mg/L}) = \frac{(w_2 - w_1) \times 1000 \times 1000}{V} \quad (7.2.3)$$

式中：

W_1 ——滤纸+蒸发皿重 (g)；

W_2 ——滤纸+残渣+蒸发皿重 (g)；

V ——混合液体积 (mL)。

7.3 混合液挥发性悬浮固体 (MLVSS)

7.3.1 仪器

1 电炉；

2 马弗炉；

3 电子天平。

7.3.2 测定步骤

将 MLSS 样品及滤纸放在已恒重的蒸发皿中，置于电炉上碳化，烧至不冒烟止，再放入 (550±50) °C 马弗炉中灼烧 1h，关掉电源，待炉内温度降至 200° C 左右取出，放入干燥器，冷却称重，记录质量 W_3 。

7.3.3 结果计算

$$\text{MLVSS}(\text{mg/L}) = \frac{[(w_2 - w_1) - (w_3 - w)] \times 1000 \times 1000}{V} \quad (7.3.3)$$

式中：

W_1 ——滤纸重 (g)

W_2 ——滤纸加残渣重 (g)

$(W_2 - W_1)$ ——测定 MLSS 的干泥重 (g)

W_3 ——灼烧后残渣加蒸发皿重 (g)

W ——蒸发皿重 (g)

$(W_3 - W)$ ——干泥中的无机物重 (g)

V ——混合液体积 (mL)

7.4 污泥沉降比 (SV%)

7.4.1 仪器

100mL 量筒和计时器

7.4.2 分析步骤

取摇匀的曝气池混合液 100mL 于量筒中, 静置 30min 后, 测定污泥的体积。

7.4.3 结果计算

$$SV(\%) = \frac{V_1}{V} \times 100\% \quad (7.4.3)$$

式中:

V ——混合液体积 (mL);

V_1 ——污泥体积 (mL)。

7.5 污泥指数 (SVI)

7.5.1 分析步骤

- 1 测定混合均匀的悬浮液样品的不可滤残渣, 即 MLSS;
- 2 测定混合液 30min 污泥沉降体积, 即 SV%。

7.5.2 结果表示

$$\text{SVI (mL/g)} = \frac{\text{SV\%} \times 10(\text{mL/L})}{\text{MLSS}(\text{g/L})} \quad (7.5.2)$$

7.6 微生物镜检

7.6.1 观察

用一小橡皮头吸管，吸一滴曝气池混合液，放在洁净的载玻片的中央，然后用镊子取一洁净的盖玻片，先以一边靠近水滴并与载玻片接触，缓慢放平，正好将水滴盖在盖玻片下面，要防止盖玻片下面产生气泡，影响对生物的观察，然后换用高倍镜头观察。

7.6.2 微型动物的简易算法

用一计数吸管，吸一滴污泥混合液于载玻片上，进行显微计数，求出 1mL 水样中的虫体个数，具体作法如下：

1 吸管每一滴水体积的标定：用 1mL 吸量管，吸 1mL 蒸馏水到一清洁的表面皿中，再用一洁净的橡皮头小吸管，从表面皿中将 1mL 水全部吸尽，然后以均匀的速度徐徐滴下，记下 1mL 水的滴数，并重复数次，以免误差，将计数吸管一滴水中之虫体数乘以计数吸管 1mL 水之滴数。即为每 1mL 之虫体数；

2 计数：将曝气池混合液摇匀后，立即用上述所标定的计数吸管，取一滴曝气池混合液放在载玻片上，用盖玻片轻轻盖好水滴，放在低倍镜下计数。先将视野放在盖玻片的右上角，然后用移动台移动载玻片，视野即可随之从上而下，从右到左通过。如一个视野数完，并作好记录后，再换第二个视野，如此往复将整个盖玻片下面的动物全部计数完毕。注意在调换视野时，不可使前后或左右两个相邻的视

野重叠或遗漏，以免产生误差；

3 若用 20 滴为 1mL 的计数吸管，假若取一滴水样，数得原生动物和轮虫依次为 100 个和 5 个，则换算成每 1mL 曝气池混合液中的原生动物和轮虫应有 100×20 个和 5×20 个。

7.6.3 微型动物的鉴别：

参考活性污泥中微生物图（上海市政工程设计院提供）及《废水生物处理微型动物图志》。

7.7 污泥 pH 值

7.7.1 试剂

- 1 在 25℃ 时 pH 为 4.00 的标准缓冲溶液 A；
- 2 在 25℃ 时 pH 为 6.86 的标准缓冲溶液 B；
- 3 在 25℃ 时 pH 为 9.18 的标准缓冲溶液 C。

7.7.2 仪器

- 1 pH 酸度计；
- 2 复合电极；
- 3 往复式振荡器；
- 4 离心机。

7.7.3 分析步骤

1 称取脱水后的污泥样品 5.00g 置于 150mL 具塞磨口锥形瓶中，加入 50mL 无二氧化碳水浸泡，密封。置于往复式振荡器上，于室温下振摇 4h 后，进行离心分离，5min 后取上清液用于 pH 值测定；对于含水率大于 99% 的污泥，可直接将玻璃电极插入测定，但测定数值至少要保持恒定 30s；对于不溶解性粘稠状污泥，则将样品进行离心

5min 后，将上清液倒入具塞的量筒中，收取足够量的上清液，作为待测样品进行测定；

2 仪器预热。使处理后的样品与标准溶液达到同一温度，记录该温度，把仪器温度补偿旋钮调至该温度处。用标准缓冲溶液（所选用的标准缓冲液的 pH 值应与实际样品的 pH 值接近，一般不超过 2 个 pH 值）冲洗电极 3 次后，将电极浸入标准缓冲溶液中，摇动溶液，待读数稳定 1min 后，调整 pH 计的指针，使其位于该标准缓冲溶液在测量温度的 pH 值处（见表 6.4.3）。

3 用蒸馏水仔细冲洗电极，再用处理后的样品冲洗，然后将电极浸入处理后的样品中，小心搅拌或摇动使其均匀，待读数稳定 1min 后，读出 pH 值。

7.8 含水率

7.8.1 仪器

- 1 瓷蒸发皿：100mL；
- 2 烘箱；
- 3 电子天平；
- 4 干燥器。

7.8.2 分析步骤

1 称取约 10g（准确称至 0.001g）已捣碎均匀的污泥样品于已恒重（ m_1 ）的蒸发皿中；

2 对于含水较高的污泥样品，应先将盛放样品的蒸发皿置于水浴锅上蒸干；对于经脱水后的污泥样品，可直接放入 103℃~105℃烘箱中干燥 2h，取出放入干燥器中冷却至室温，称重，反复多次，直至

恒重，记为 m_2 （两次称量质量之差不大于 0.001g）。

7.8.3 结果计算

污泥中的含水率 ω 的数值，以%表示，按下式计算：

$$\omega = \frac{m - (m_2 - m_1)}{m} \times 100\% \quad (7.8.3)$$

式中：

m ——称取污泥样品的质量，单位为克（g）；

m_1 ——恒重空蒸发皿的质量，单位为克（g）；

m_2 ——恒重后蒸发皿加恒重后污泥样品的质量，单位为克（g）。

7.9 有机物含量

7.9.1 仪器

- 1 瓷蒸发皿：100mL；
- 2 电热板；
- 3 烘箱；
- 4 马弗炉；
- 5 电子天平。

7.9.2 分析步骤

1 称取约 10g 样品于瓷坩埚中，瓷坩埚已恒重（两次称量质量之差不大于 0.001g）；

2 将盛有样品的瓷蒸发皿放在水浴锅上蒸，待其中水分蒸发近干，将其移入温度为 103℃~105℃ 的烘箱内烘 2h，取出再后放入干燥器内，冷却约 0.5h 后称重，反复几次，直到恒重，记为 m_2 （两次称量质量之差不大于 0.001g）；

3 将烘干后的样品和瓷蒸发皿放入马弗炉中（550±50℃）灼烧

1h, 关掉电源, 待炉内温度降至 200℃ 左右时取出, 放入干燥器, 冷却至室温后称重, 记为 m_3 。

7.9.3 结果计算

污泥中有机物含量 ω 的数值, 以%表示, 按下式计算:

$$\omega = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (7.9.3)$$

式中:

m_1 —— 恒重瓷蒸发皿的质量, 单位为克 (g);

m_2 —— 恒重瓷蒸发皿加烘干后样品的质量, 单位为克 (g);

m_3 —— 恒重瓷蒸发皿加灼烧后样品的质量, 单位为克 (g)。

计算结果准确表示到小数点后两位。

8 数据整理与处理

8.1 原始记录

8.1.1 操作人员必须依照所选定的操作方法，按规定的记录格式如实、准确、及时地填写监测过程的各项原始记录，不得以回忆方式填写记录，不得誊抄，不得弄虚作假。

8.1.2 原始记录的记录格式统一编制，记录的内容应包括监测流程中的各种参数，做到规范、准确、详实、清晰、信息量完整，同时还要有检测人员、校核人员的签名。

8.1.3 原始记录应用钢笔或签字笔填写，做到字迹端正清晰，不得任意涂改或撕页。如因错误必须采用杆改方式。原始记录中在所填写的记录下方不需填写的空白部分应划“/”或注明“以下空白”。

8.1.4 记录原始数据时必须采用法定计量单位和使用有效数字。

8.1.5 监测工作完毕应及时处理异常数据以决定是否重测。监测过程中出现的异常情况需做详细记录以备复查。

8.1.6 原始记录整理完毕后移交档案室统一整理归档，并采取保密措施。

8.1.7 本单位人员因工作需要借阅原始记录应进行登记，复制记录需经有关领导批准。外单位人员一般不得借阅和复制记录，确实需要的须经领导批准。

8.2 检测数据的有效数字及运用规则

8.2.1 检测数据的有效数字记录规则

1 记录测量数据时，只保留一位可疑数字；

2 一个分析结果有效数字的位数，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误差；

1) 最小分度值为 0.1mg 的分析天平称量物质时，有效数字可以记录到小数点后第四位；

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。单标线容量瓶和移液管的准确容积表示见表 8.2.1-1 和表 8.2.1-2。用 50mL 量筒量取水样，记为 50.0mL，100~500mL 量筒量取水样时，有效数字取三位较为合理，即记为 100,200,500mL。50mL 比色管，记为 50.0mL，25mL 比色管，记为 25.0mL；

表 8.2.1-1 一等分度单标记移液管准确体积的表示

体积示值 (mL)	允许差 (mL)	准确体积 (mL)
1	± 0.007	1.00
2	± 0.010	2.00
3	± 0.015	3.00
5	± 0.015	5.00
10	± 0.020	10.00
15	± 0.025	15.00
20	± 0.030	20.00
25	± 0.030	25.00
50	± 0.05	50.00
100	± 0.08	100.0

表 8.2.1-2 一等量入式容量瓶准确容积的表示

体积示值 (mL)	允许差 (mL)	准确体积 (mL)
10	± 0.020	10.00
25	± 0.03	25.00
50	± 0.05	50.00
100	± 0.10	100.0
200	± 0.15	200.0
250	± 0.25	250.0
500	± 0.25	500.0
1000	± 0.40	1000.0
2000	± 0.60	2000.0

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

4) 带有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可读的有效位数;

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;

3 表示精密度的通常只取一位有效数字。测定次数很多时, 方可取两位有效数字, 且最多只取两位;

4 以一元线性回归方程计算时, 校准曲线斜率 b 的有效位数, 应与自变量 x_i 的有效数字位数相等, 或最多比 x_i 多保留一位。截距 a 的最后一位数, 则和因变量 y_i 数值的最后一位取齐, 或最多比 y_i 多保留一位;

5 测量结果的有效数字所能达到的位数不能超过方法检出限的有效数字所能达到的位数;

6 在数值计算中, 当有效数字位数确定后, 其余数字应按修约规则一律舍去;

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以写几位。

8.2.2 数值修约规则和有效数字的运算

各种测量、计算的数值需要修约时, 应按数值修约规则进行数值的修约。

1 进舍规则：四舍六入五留双；

1) 拟舍弃数字的最左一位数字小于 5，则舍去，保留其余各位数字不变；

2) 拟舍弃数字的最左一位数字大于 5，则进一，即保留数字的末位数字加 1；

3) 拟舍弃数字的最左一位数字为 5，且其后有非 0 数字时进一，即保留数字的末位数字加 1；

4) 拟舍弃数字的最左一位数字为 5，且其后无数字或皆为 0 时，若所保留的末位数字为奇数（1，3，5，7，9）则进一，即保留数字的末位数字加一；若所保留的末位数字为偶数（0，2，4，6，8），则舍去；

2 不允许连续修约，拟修约数字应在确定修约数位后一次修约获得结果，不得多次按规则连续修约；

3 当对标准偏差进行修约时，无论所保留的位数后的数值是多少，均要往前进位，使标准偏差的结果变差，从而提高可信度；

4 加法减法近似计算规则，如在小数的加减计算中，各近似值保留的位数要比各数值中的小数点后位数最少者多一位，而计算结果的位数则和小数点后位数最少者相同；

5 乘法和除法的计算规则，计算结果的有效位数要与各近似值中有效数值位数最少者相同。即先将各近似值修约至比有效数字位数最少者多保留一位有效数字，再将计算结果按上述规则处理。

8.2.3 监测结果的表示方法

所使用的计量单位应采用中华人民共和国法定计量单位。

1 浓度含量的表示，污水分析结果用 mg/L 表示，浓度较小时，则以 $\mu\text{g/L}$ 表示；污泥分析结果用 mg/kg 或 ($\mu\text{g/kg}$) 表示；水样浓度超过 1000mg/L 或泥样浓度超过 1000mg/kg 时采用科学计数法表示，亦可用百分数 (%) 表示 (注明 m/V 或 m/m)；

2 双份平行测定结果在允许差范围之内，则结果以平均值表示；

3 当测定结果在检出限 (或最小检出浓度) 以上时，报实际测得结果值，当低于方法检出限，报使用方法的检出限，可加标志 L。

9 质量控制

9.1 监测人员要求

9.1.1 监测人员必须具备环境监测基础理论知识和专业知识；正确掌握水质监测的操作技能和质量控制程序，熟悉有关监测管理的法规、标准和规定。

9.1.2 凡承担监测工作，报告监测数据者，必须参加合格证考试。考核合格，取得合格证后，才能上岗，出具原始记录。未取得合格证的人员，只能在持证人员的指导下开展监测工作，监测质量由持证人员负责。

9.2 仪器管理与定期检查

9.2.1 设立专职或兼职的仪器保管员；仪器到货后应立即建立仪器的技术档案。

9.2.2 在仪器的使用期间，应按要求定期送法定的计量检定机构进行检定，合格后方可使用。常见仪器设备的检定周期见表 9.2.2。

9.2.3 所有仪器设备（包括标准物质）都应有明显的标志表明其状态。

9.2.4 计量器具在日常使用过程中应参照有关计量检定规程定期校验。

9.2.5 新购置的玻璃量器，在使用前，应对其的密合性、容量允许差、流出时间等指标进行检定，合格后方可使用。

表 9.2.2 常用仪器设备的检定周期一览表

序号	仪器名称	检定有效期	证书类型
1	分光光度计	一年	检定证书
2	紫外可见分光光度计	一年	检定证书
3	pH 计	一年	检定证书
4	溶氧仪	一年	检定证书
5	电子天平	一年	检定证书
6	生化培养箱	一年	校准证书
7	恒温培养箱	一年	校准证书
8	烘箱	一年	校准证书
9	马弗炉	一年	校准证书
10	高压灭菌器	一年	校准证书

9.3 分析实验室的基础条件和配置

9.3.1 将检测的区域与办公区域严格分隔开，并对检测区域严格控制，防止无关人员进入和使用检测区域。

9.3.2 应保持实验室整洁、通风、布局合理、安全操作的环境，做到相互干扰的项目不在同一个实验区间内操作。

9.3.3 应配置合适的排放及通风系统，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。对产生的废液、固体的废弃物应得到合理的处置。

9.3.4 实验用水应为无色透明的液体，能满足实验的要求，盛水的容器应定期清洗，保持容器的清洁。一般分析实验用水电导率应小于

5.0 μ s/cm。

9.3.5 实验器具使用后应及时清洗，晾干，防止灰尘等沾污。

9.3.6 化学试剂应采用分析方法规定的等级试剂。

9.3.7 实验室应配置玻璃仪器和分析设备，满足日常检测的要求。常用的玻璃仪器有：烧杯、量筒、容量瓶、滴定管、移液管、比色管、试剂瓶、抽滤瓶、布氏漏斗等；污水处理厂化验室常用的分析设备见表 9.3.7。

表 9.3.7 污水处理厂常用分析设备

序号	名称	测试项目
1	紫外可见分光光度计	TN、NH ₃ -N、TP
2	生化培养箱	BOD ₅
3	万分之一电子天平	SS、MLSS、MLVSS、溶液配制
4	溶解氧测定仪	DO、BOD ₅
5	pH 计	pH
6	真空泵	SS、MLSS
7	恒温电热干燥箱	SS、MLSS
8	高压灭菌器	消解和灭菌
9	电子恒温培养箱	粪大肠菌群
10	不锈钢抽滤系统	粪大肠菌群、SS
11	冷藏柜	样品保存和药品存放
12	电炉	COD _{cr} 、常规加热、溶液配制
13	马弗炉	MLVSS、污泥有机份
14	百分之一电子天平	粗称试剂药品
15	离心机	真实色度、污泥 pH
16	振荡器	污泥 pH

17	高倍显微镜	微生物镜检
----	-------	-------

9.3.8 实验室必须配置必要的消防设备。

9.4 标准溶液、工作溶液的配制及使用规定

9.4.1 实验用水在没有注明其他要求时应采用蒸馏水；所用试剂的纯度应在分析纯以上，标定溶液浓度时所用的基准试剂应为容量分析工作基准试剂；工作中所用的电子天平、滴定管、容量瓶及移液管均需定期校正或检定。

9.4.2 各种标准溶液必须按其化学性质进行配制和保存。

9.4.3 盛装标准溶液和工作溶液容器上的标签信息必须完整。

9.4.4 一般标准溶液不宜长期保存，在常温下（15℃~25℃）下保存时间一般不超过两个月。

9.4.5 一般工作溶液和指示剂的有效期除另有规定外：物理、化学性质比较稳定的有效期为6个月，物理、化学性质比较容易发生变化的有效期为3个月，标准缓冲溶液的有效期为3个月。

9.4.6 高浓度剧毒或有毒物质的贮备标液溶液应按有毒试剂的使用和管理规定执行，妥善保管，不得随意放置。

9.4.7“标定”或“比较”标准溶液浓度时，平行实验不得少于三次，平行测定结果的相对偏差不得大于0.2%。

9.4.8 一些常见标准溶液、工作溶液的保存期见表9.4.8。

表 9.4.8 常见标准溶液、工作溶液的保存期

序号	溶液名称	保存容器	保存环境	保存期	备注
1	碱性过硫酸钾	聚乙烯瓶	无特殊规定	一周	
2	硫酸亚铁铵	玻璃瓶	无特殊规定		临用前标定
3	磷酸盐缓冲溶液	玻璃瓶	0~4 ℃	六个月	若发现任何沉淀或微生物生长,应弃去不用。
4	硫酸镁	玻璃瓶			
5	氯化钙	玻璃瓶			
6	氯化铁				
7	抗坏血酸	棕色玻璃瓶	冷藏, 避光	三个月	不变色可长期使用
8	钼酸盐溶液	棕色试剂瓶	冷藏, 避光	二个月	
9	纳氏试剂 (HgCl ₂ -KI-KOH)	棕色玻璃瓶	避光	一个月	
10	pH 标准溶液	聚乙烯瓶或玻璃瓶	室温	1-2 月	当发现发霉、浑浊或沉淀时, 则停用。
11	磷酸盐标准缓冲液	聚乙烯瓶或玻璃瓶	冷藏	三个月	
12	氢氧化钠工作溶液	聚乙烯瓶	无特殊规定	六个月	
13	重铬酸钾溶液	玻璃瓶	无特殊规定	二个月	
14	过硫酸钾溶液	玻璃瓶	无特殊规定	六个月	
15	各种酸工作溶液	玻璃瓶	无特殊规定	六个月	
16	各种碱工作溶液	聚乙烯瓶	无特殊规定	六个月	
17	丙烯基硫脲硝化抑制剂	玻璃瓶	4 ℃	14 天	
备注: 向标准物质研究中心购买的标准溶液, 保存条件、期限可参照使用说明执行。					

9.5 实验室内部质量控制

9.5.1 优先选用国家标准方法或行业统一方法；分析人员在承担新的分析项目和使用新的方法时，应进行全程序空白值测定、分析方法的检出浓度测定、校准曲线的绘制、方法精密度、准确度及干扰因素等实验。

9.5.2 检测过程的质量控制

1 全程序空白试验，通常用蒸馏水或去离子水代替样品，其他所加的试剂和操作步骤与样品测定相同。空白值的大小在某种程度上反映了实验室条件和分析人员的技术水平，必须最大可能地降低空白值（空白值应低于方法检出限），在分析样品的同时，每次均应作二个全程序空白试验，两空白值相对偏差 $<50\%$ ；

2 校准曲线

1) 绘制校准曲线的分析步骤与样品分析步骤相同，校准曲线 ≥ 6 个浓度点（包括零浓度点），标准浓度应覆盖样品的浓度；

2) 校准曲线采用较为稳定的分析方法，可不必每次都绘制校准曲线，可采用曲线校核的方法。当检测所需试剂重新配制或原曲线已使用超过三个月，则应重新绘制曲线。当分析方法要求每次测定必须同时绘制校准曲线时，应按方法规定的执行；

3) 校准曲线回归时，应减去空白值，校准曲线回归应包括零浓度点；

4) 校准曲线回归的相关系数一般要求 $|r| \geq 0.999$ 。

9.5.3 精密度控制，从同批次的样品中随机抽取 10% 的样品，在完全相同的条件下作为平行样同时进行测定（保证每批样品必须至少做一份

平行)。

9.5.4 准确度控制

1 加标回收：能做加标回收的样品，随机抽取 10%的样品进行加标回收试验，以检验准确度；

2 标准物质（或质控样）：采用由国家环保总局标准样品研究所售的标准样品，与样品同时测定，将所得测定结果与保证值相比较，检验准确度。

9.5.5 比对实验

用同一标准物质在相同条件下进行不同人员、不同仪器、不同方法之间的比对分析，检查分析结果的一致性。

9.6 实验室间质量控制

9.6.1 上级主管部门对下属污水厂化验室的质量保证工作应定期进行检查指导。

9.6.2 上级主管部门组织一定数量的实验室参加同一标准物质或采用稳定均匀的实际样品的盲样的比对，根据分析结果判断实验室间是否存在显著性差异并对其作出相应的评价。

附录 A 分析方法汇总表

污染物监测分析方法汇总

序号	项目	方法来源	有效数字可能最多位数
1	化学需氧量	《水质化学需氧量的测定重铬酸盐法》(GB/T11914-1989)	3
2	五日生化需氧量	《水质五日生化需氧量(BOD ₅)的测定稀释与接种法》(HJ505-2009)	3
3	pH 值	《水质 pH 值的测定玻璃电极法》(GB/T6920-1986)	2
4	总磷	《水质总磷的测定钼酸铵分光光度法》(GB/T11893-1989)	3
5	总氮	《水质总氮的测定碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(HJ636-2012)	3
6	氨氮	《水质氨氮的测定纳氏试剂分光光度法》(HJ535-2009)	3
7	色度	《水质色度的测定稀释倍数法/铂钴比色法》(GB/T11903-1989)	/
8	悬浮物	《水质悬浮物的测定重量法》(GB/T11901-1989)	3
9	粪大肠菌群	《水质粪大肠菌群的测定多管发酵法和滤膜法》(HJ/T347-2007)	3
10	混合液悬浮固体	《城市污水处理厂污泥检验方法》(CJ/T221-2005) 3 城市污泥混合液悬浮固体的测定-重量法	3
11	挥发性悬浮固体	同污泥有机份	3
12	污泥沉降比	美国《水和废水标准检验法》(第 15 版) 213B 污泥沉降体积	3
13	污泥容积指数	美国《水和废水标准检验法》(第 15 版) 213C 污泥体积指数	3
14	微生物镜检	《水和废水监测分析方法》(第四版) 第五篇第一章 一、浮游生物的测定 (B) 显微镜的校准和计数	/
15	污泥 pH 值	《城市污水处理厂污泥检验方法》(CJ/T221-2005) 4 城市污泥 pH 值的测定-电极法	2
16	污泥含水率	《城市污水处理厂污泥检验方法》(CJ/T221-2005) 2 城市污泥含水率的测定-重量法	4
17	污泥有机份	《城市污水处理厂污泥检验方法》(CJ/T221-2005) 1 城市污泥有机物含量-重量法	4

附录 B 记录表
表 B.0.1

现场采样记录

编号： 天气：晴、阴、雨、雪 气温： ℃ 采样日期：

序号	样品名称及地点	采样容器 (G 或 P)	采样时间 (h)	现场测定记录		样品描述		采样人	签收人	备注
				水温 (℃)	pH	浑浊程度	颜色			

- 注： 1、G:玻璃容器 P：聚乙烯瓶
 2、浑浊程度：0→无色 1→轻度 2→中度 3→重度
 3、备注：采样时发现异常情况，需如实记录。

表 B.0.2

活性污泥微生物镜检记录表

编号：

室温： ℃

分析日期：

微生物种类 (个/ml)				
原生 动物	钟虫			
	等枝虫			
	累枝虫			
	楯纤虫			
	榴弹虫			
	表壳虫			
	豆形虫			
	草履虫			
后生 动物	轮虫			
	线虫			
……				
颜色				
丝状菌的丰度				
上清液清澈度				
MLSS 浓度(mg/L)				
污泥指数(SVI)				
结论				

分析人员：

校核人员：

表 B.0.5

分光光度测定原始记录

编号： 测定项目： 室温： ℃ 分析日期：

序号	样品名称	取样体积 (mL)	稀释倍数	吸光度 (已扣空白)	计算结果 (mg/L)
	空白 ₁				
	空白 ₂				
				
工作曲线					
仪器编号			方法依据		
备注					

分析人员：

校核人员：

(第 1 页, 共 2 页)

仪器型号		波长	nm	室温		狭缝			
比色皿	mm	参比液		日期					
标准溶液:				浓度:					
标准曲线测定	序号	1	2	3	4	5	6	7	8
	标准液 (mL)								
	μg								
	A-A ₀								
	A ₀₁								
	A ₀₂								
相关系数 r					工作曲线				

标准曲线校核	校核值(μg)		吸光度			$\bar{A} - \bar{A}_0$	实测值(μg)	相对误差(%)	
			A ₁	A ₂	\bar{A}				
质控样	原样品名称	加标量(或标准值)(μg)	吸光度			$\bar{A} - \bar{A}_0$	加标试样测定值(μg)	样品测定值(μg)	加标回收(相对误差)(%)
			A ₁	A ₂	\bar{A}				
备注									

(第 2 页, 共 2 页)

标准溶液标定记录

试剂名称：硫酸亚铁铵溶液

次数 项目	1	2	3	4					
标准溶液 (mL) $C(1/6K_2Cr_2O_7)=$ mol/L									
$V_{始}$ (mL)									
$V_{终}$ (mL)									
$V_{耗}$ (mL)									
$C_x = \frac{V_{标} C_{标}}{V_{耗}}$ (mol/L)									
平均值 \bar{C}_x (mol/L)									
标定人：		校核人：		标定日期：					
质 控 样	原样品 (名称)	加标量 (或准 确值)	滴定记录 (mL)			加标试 样测定 值 (1) (μ g)	试样 测定值 (2) (μ g)	(1)-(2) (μ g)	加标回收 (相对误 差) (%)
			$V_{始}$	$V_{终}$	$V_{耗}$				
备注									

(第 2 页, 共 2 页)

表 B.0.7

粪大肠菌群（多管发酵法）分析记录表

编号： 室温： ℃ 分析日期：

序号	样品名称	不同稀释度的反应发酵管数															结论 (MPN 值)
		10					10					10					
		10					10					10					
		10					10					10					
		10					10					10					
		10					10					10					
		10					10					10					
备注	初发酵的培养温度：37 ℃±0.5 ℃，培养时间：24h±2h； 复发酵的培养温度：44.5 ℃±0.5 ℃，培养时间：24h±2h																

分析人员：

审核人员：

表 B.0.8

粪大肠菌群（滤膜法）分析记录表

编号：

室温： ℃

分析日期：

序号	样品名称	不同稀释度的菌落数						结论 (个/升)
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
		10	10	10	10	10	10	
备注		培养温度：44.5℃±0.5℃；培养时间：24h±2h						

分析人员：

审核人员：

表 B.0.10

污泥含水率及有机物质含量测定原始记录

编号:

室温: °C

分析日期:

样品名称					
取样量 m (g)					
容器重 m ₁ (g)	第一次				
	第二次				
干泥加容器重 m ₂ (g)	第一次				
	第二次				
干泥重 (m ₂ - m ₁) (g)					
污泥含水率 (%)					
灼烧后无机物加容器重 m ₃ (g)					
无机物重 (m ₃ - m ₁) (g)					
无机物含量 (%)					
有机物重 (m ₂ - m ₃) (g)					
有机物含量 (%)					
方法依据			干燥 (灼烧) 条件 (°C)	105 °C/550 ±50 °C	
计算公式		$\text{含水率} (\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\%$ $\text{有机物含量} (\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\%$			
备注					

分析人员:

校核人员:

表 B.0.12

活性污泥 mlss、mlvss、SV%、SVI 原始记录

编号:

室温:

℃

分析日期:

样品名称						备注
取样量 (mL)						
滤纸重 (g)	第一次					
	第二次					
干泥加滤纸重 (g)	第一次					
	第二次					
干泥重 (g)						
mlss (mg/L)						
灼烧容器重 (g)	第一次					
	第二次					
灼烧后无机物加容器重 (g)						
无机物重 (g)						
有机物重 (g)						
mlvss (mg/L)						
有机物含量 (%)						
SV%						
SVI						

分析人员:

校核人员:

本规程用词说明

1、为便于在执行本规程条文时区别对待，对于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：

正面采用“必须”；反面采用“严禁”。

2) 表示很严格，在正常情况下应这样做的：

正面采用“应”；反面采用“不应”或“不得”。

3) 表示稍有选择，在条件许可时，首先应这样做的：

正面采用“宜”或“可”；反面采用“不宜”。

2、条文中指明必须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

- 1 《水质化学需氧量的测定重铬酸盐法》 GB/T11914
- 2 《水质 pH 值的测定玻璃电极法》 GB/T6920
- 3 《水质总磷的测定钼酸铵分光光度法》 GB/T11893
- 4 《水质色度的测定稀释倍数法/铂钴比色法》 GB/T11903
- 5 《水质悬浮物的测定重量法》 GB/T11901
- 6 《城镇污水处理厂污染物排放标准》 GB18918
- 7 《数值修约规则与极限数值的表示和判定》 GB/T8170
- 8 《水质五日生化需氧量(BOD₅)的测定稀释与接种法》HJ505
- 9 《水质总氮的测定碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》
HJ636
- 10 《水质氨氮的测定纳氏试剂分光光度法》 HJ535
- 11 《水质粪大肠菌群的测定多管发酵法和滤膜法》 HJ/T347
- 12 《水质采样方案设计技术规定》 HJ495
- 13 《水质样品的保存和管理技术规定》 HJ493
- 14 《地表水和污水监测技术规范》 HJ/T91
- 15 美国《水和废水标准检验法》(第 15 版)
- 16 《城市污水水质检验方法标准》 CJ/T51
- 17 《城市污水处理厂污泥检验方法标准》 CJ/T221
- 18 《城镇污水处理厂运行、维护及安全技术规程》 CJJ60
- 19 《福建省城镇污水处理厂运行管理标准》 DBJ/T13-88

福建省工程建设地方标准

福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程

**Technical specifications for wastewater and sludge
monitoring of municipal wastewater treatment plant in
Fujian Province**

工程建设地方标准编号：DBJ/T 13-227-2016

住房和城乡建设部备案号：J13414-2016

条文说明

制定说明

《福建省城镇污水处理厂污水污泥监测技术规程》DBJ/T 13-227-2016，经福建省住房和城乡建设厅 2016 年 1 月 25 日以闽建科 [2016]1 号公告批准、发布，住房和城乡建设部 2016 年 4 月 27 日以第 J13414 号备案。

本规程制定过程中，编制组总结了我国城镇污水处理厂污水污泥监测的实践经验，同时参考了先进技术法规、技术标准，对城镇城镇污水处理厂污水污泥监测的适用范围进行了规定，明确了污水污泥监测样品的采集与保存、监测项目与相应的检测方法、监测数据整理和处理、检测过程的质量控制等内容。

为了广大城镇污水处理厂化验关人员在使用本规程时能理解和执行条文规定，本规程编制组按章、节、条顺序编制了本标准的条文说明，对条文规定的目的、依据以及执行中需注意的有关事项进行了说明。但是，本条文说明不具备与标准正文同等的法律效力，仅供使用者作为理解和把握规程规定的参考。

目 次

1 总 则	75
2 术 语	76
3 采 样	77
4 样品保存	78
5 监测项目	79
6 污水水质检测	80
6.2 化学需氧量.....	80
6.3 五日生化需氧量.....	82
6.4 pH 值.....	85
6.5 总磷.....	86
6.6 总氮.....	88
6.7 氨氮.....	89
6.8 色度.....	91
6.9 悬浮物.....	92
6.10 粪大肠菌群.....	92
7 污泥检测	95
7.2 混合液悬浮物固体 (MLSS).....	95
7.3 混合液挥发性悬浮物固体 (MLVSS).....	95
7.4 污泥沉降比 (SV%).....	95
7.5 污泥指数 (SVI).....	95
7.7 污泥 pH 值.....	96

7.8 有机物含量.....	96
8 数据整理与处理.....	98
8.1 原始记录.....	98
8.2 检测数据的有效数字及运用规则.....	99
9 质量控制.....	102
9.2 仪器管理与定期检查.....	102
9.3 分析实验室的基础条件和配置.....	102
9.4 标准溶液、工作溶液的配制及使用规定.....	103
9.5 实验室内部质量控制.....	103

1 总 则

1.0.1 通过开展福建省城镇污水处理厂水质督查和对化验员的考核工作，发现省内污水化验监测人员存在水平参差不齐，存在检测过程基本无质控措施、化验室设置较不规范等问题，而现有的国家标准，分类较细，缺乏完整、综合的污水处理厂污水污泥监测技术规程，导致化验监测人员在实际操作中，容易顾此失彼，从而影响污水污泥监测结果，编制此技术规程，对规范我省污水污泥监测技术，提高监测水平和检测质量，十分必要。本条文规定了本规程的编制目的。

1.0.2 本规程是针对福建省内城镇污水处理厂进出水、污泥及进入污水处理设施的污染源污水的基本控制项目监测及质量控制。本条文规定了本规程的适用范围。

2 术 语

2.0.1~2.0.2 本条文规定了城镇污水和城镇污水处理厂污泥的定义。

2.0.3~2.0.4 本条文通过采样频次的不同对连续水样和瞬时水样做了规定。

2.0.5~2.0.20 本条文对本规程所涉及的部分检测项目和质控名词的做了规定。

3 采 样

3.1 本条文规定了采样的一般要求及注意事项。

3.1.4 保持采样桶和盛水器的清洁，是指用容器直接采样时，须用水样冲洗三次后再收集。如果所采样品系供水质微生物学（如粪大肠菌群）检验，则盛水器须采用玻璃器皿，并经过灭菌处理后，直接采样。在采样期间必须避免样品受到污染。应考虑到所有可能的污染来源，必须采取适当的控制措施以避免污染。微生物采样过程中特别应避免手或手套接触到采样容器及瓶盖的内部和瓶口的边缘。

3.1.5 一般情况下，污水处理厂进水水样及污染严重的水样，可取 1L；污水处理厂出水水样或较清洁水样，则不得少于 3L。

3.1.6 现场采样记录内容应包括样品采集的地点、日期、时间、水样外观，采样时的水温、气温、天气情况，分析目的和项目、采样者姓名等。

3.2~3.3 本条文规定了污水污泥采样的方式和频次。样品采集的主要原则是样品必须具有足够的代表性。样品的代表性是指样品中各种组分的含量都应符合被测水体的真实情况。为了得到具有真实代表性的样品，就必须选择采样方式，比如正确的采样位置、合理的采样时间和适当的采样技术。

4 样品保存

4.1 本条文规定了污水样品保存的一般要求。污水样品成分复杂，稳定性较差，样品采集后应尽快进行分析检验，以免水中所含物质由于发生物理的、化学的和生物学的变化而影响分析结果。

4.1.2 保存的样品可用“待测”、“测毕”和“留样”三种标识表明其测试状态。

4.2.1 冷藏可使生物活性受到抑制，生物化学作用显著降低。但并不适宜长期冷藏保存，废水的保存时间则要更短。

4.2.2 投加保存药剂一般要求是有效、方便、经济并且应对测定无干扰和无不良影响。不同的测试项目使用不同的保存药剂，最常用的保存药剂是加入酸或碱，控制溶液 pH 值，如测 COD_{Cr} 需将样品酸化保存。加酸或加碱均会使样品体积增加，要注意计入分析结果。样品保存剂在采样前应进行空白试验，其纯度和等级必须达到分析的要求。

5 监测项目

5.1 本条文规定了本规程所涉及的污水监测项目。

5.2 本条文规定了本规程所涉及的污泥监测项目。

6 污水水质检测

6.2 化学需氧量

本条文规定了化学需氧量的测定方法。本方法的测定原理是在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液，并在强酸介质下以银盐作催化剂，经沸腾回流后，以试亚铁灵为指示剂，用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾由消耗的硫酸亚铁铵的量换算成消耗氧的质量浓度。此方法的最低检测浓度为 10mg/L。

6.2.1 试剂

4 硫酸银-硫酸试剂：向 1L 硫酸（ $\rho=1.84\text{g/mL}$ ）中加入 10g 的硫酸银，放置 1~2 天使之溶解，并混匀。使用前小心摇动。

5 重铬酸钾标准溶液

浓度为 $C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.2500\text{mol/L}$ 的重铬酸钾标准溶液：将 12.2580g 在 105℃ 干燥 2h 后的重铬酸钾（优级纯）溶于水中，稀释至 1000mL。

浓度为 $C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.02500\text{mol/L}$ 的重铬酸钾标准溶液：将 0.2500mol/L 的重铬酸钾标准溶液稀释 10 倍而成。

6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液

浓度为 $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]\approx 0.10\text{mol/L}$ 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液：溶解 39g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于适量水中，加入 20mL 的硫酸（ $\rho=1.84\text{g/mL}$ ），待其溶液冷却后稀释至 1L。临用前，必须用 0.2500mol/L 的重铬酸钾标准溶液准确标定此溶液的浓度。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定：取 10.00 mL 0.2500mol/L 的重铬酸钾标准溶液置于锥形瓶中，用水稀释至约 100 mL，加入 30 mL 硫酸（ $\rho=1.84\text{g/mL}$ ），混匀，冷却后加 3 滴（约 0.15 mL）试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色，即为终点，记录下硫酸亚铁铵标准滴定溶液的消耗量（mL）。

硫酸亚铁铵标准滴定浓度的计算：

$$C_{[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]} = \frac{10.00 \times C_{1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V} \quad (6.2.1)$$

式中：

$C_{1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ ——重铬酸钾溶液的浓度；

V ——滴定时消耗硫酸亚铁铵的体积。

浓度为 $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.010\text{mol/L}$ 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液：将约 0.10mol/L 硫酸亚铁铵标准滴定溶液稀释 10 倍而得，临用前，则必须用 0.02500mol/L 的重铬酸钾标准溶液准确标定此溶液的浓度。

8 试亚铁灵指示剂溶液：溶解 0.7g 七水合硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)于 50 mL 的水中，加入 1.5g 邻菲罗啉，搅拌至溶解，加水稀释至 100 mL，贮于棕色瓶内。

6.2.3 分析过程应注意以下事项：

1 当重铬酸钾溶液浓度为 0.2500mol/L 时，本方法可以测定 COD 值大于 50mg/L 的各类型水样；当重铬酸钾溶液浓度为 0.02500mol/L 时，本方法可以测定 COD 值为 10~50mg/L 的各类型水样；本方法不适用于氯化物浓度（含量）大于 1000mg/L 的水样。COD_{Cr}<50mg/L

的水样，应用 0.02500mol/L 重铬酸钾标准溶液，回滴时用 0.01mol/L 硫酸亚铁铵标准滴定溶液；

2 废水的取样量不低于 5 mL，对未经稀释的水样其测定上限为 700 mg/L，超过此限时必须经稀释后测定。水样加热回流后，溶液中重铬酸钾剩余量应是加入量的 1/5~4/5 为宜；

3 氯离子可被重铬酸盐氧化，并能与硫酸汞作用产生沉淀，影响测定结果，故在回流前向水样中加入硫酸汞，使之成为络合物以消除干扰。当水中氯离子含量超过 30mg/L 时，应先把 0.4g 硫酸汞加入回流锥形瓶中，若出现少量氯化汞沉淀，并不影响测定；

4 滴定时温度及酸度影响终点的判断，应使回流后溶液充分冷却，并加水至 140mL，否则因酸度太大而使滴定终点不明显。回流时要用手摸冷却水不能有温感，否则测定结果偏低；

5 滴定时不能剧烈摇动锥形瓶，瓶内试液不能溅出，否则影响测定结果。

6.3 五日生化需氧量

本条文规定了五日生化需氧量的测定方法。本方法的测定原理是指在规定的条件下，微生物分解水中的某些可氧化的物质，特别是分解有机物的生物化学过程消耗的溶解氧。通常情况下是指水样充满完全密闭的溶解氧瓶中，在 (20 ± 1) °C 的暗处培养 $5d \pm 4h$ ，分别测定培养前后水样中溶解氧的质量浓度，由培养前后溶解氧的质量浓度之差，计算每升样品消耗的溶解氧量，以 BOD_5 形式表示。本方法的检出限为 0.5mg/L，方法的测定下限为 2mg/L，非稀释法和非稀释接种法的测定上限为 6mg/L，稀释与稀释接种法的测定上限为 6000mg/L。

6.3.1 试剂

1 接种液：可采用化学需氧量不大于 300mg/L 的未受工业废水污染的生活污水或驯化接种液；

2 磷酸盐缓冲溶液：将8.5g磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）、21.8g磷酸氢二钾（ K_2HPO_4 ）、33.4g七水合磷酸氢二钠（ $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）和1.7g氯化铵（ NH_4Cl ）溶于水中，稀释至1000mL，此溶液的pH值为7.2；

3 硫酸镁溶液：将22.5g七水合硫酸镁（ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，稀释至1000mL；

4 氯化钙溶液：将27.6g无水氯化钙（ CaCl_2 ）溶于水中，稀释至1000mL；

5 氯化铁溶液：将0.25g六水合氯化铁（ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，稀释至1000mL；

上述盐溶液在0~4℃可稳定保存6个月，若发现任何沉淀或微生物生长应弃去；

6 稀释水：在5~20L的玻璃瓶或聚乙烯桶中加入一定量的蒸馏水，控制水温在 (20 ± 1) ℃，敞口放置2-3天，使稀释水中的溶解氧达到8mg/L左右。使用前每升水中加入上述四种盐溶液各1.0mL，混匀，20℃保存。在曝气的过程中防止污染，且应在24 h内使用，剩余的稀释水应弃去。稀释水pH值为7左右， BOD_5 应小于0.5mg/L，否则应检查可能的污染来源；

7 接种稀释水：每升稀释水中加入3~5mL接种液，将接种稀释水存放在 (20 ± 1) ℃的环境中，当天配制当天使用。接种的稀释水pH值为7左右， BOD_5 应小于1.5mg/L，否则应检查可能的污染来源；

8 盐酸溶液, $C_{(\text{HCl})}=0.5\text{mol/L}$: 将40mL浓盐酸溶于水, 加水稀释至1000mL;

9 氢氧化钠溶液, $C_{(\text{NaOH})}=0.5\text{mol/L}$: 将20g氢氧化钠溶于水中, 稀释至1000mL;

10 丙烯基硫脲硝化抑制剂, $\rho(\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S})=1.0\text{g/L}$, 溶解0.20g丙烯基硫脲 ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S}$) 于200mL水中混合, $4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存, 此溶液可稳定保存14d。丙烯基硫脲属于有毒化合物, 操作时应避免接触皮肤和衣服;

6.3.3~6.3.5 此方法在测定过程中应注意以下事项:

1 若采用的稀释比大于 100, 应分两步或多步进行稀释, 若需抑制硝化作用, 则应在每升稀释样品中加入 2mL 的丙烯基硫脲硝化抑制剂;

2 恰当的稀释比应使培养后剩余溶解氧和消耗的溶解氧都不小于 2mg/L;

3 对不含或含微生物少的工业废水, 如酸性废水、碱性废水、高温废水、冷冻保存的废水或经过氯化处理的废水等, 在测定 BOD_5 时应进行接种, 以引进能分解废水中有机物的微生物。当废水中存在难以被一般生活污水中的微生物以正常的速度降解的有机物或含有剧毒物质时, 应将驯化后的微生物引入水样中进行接种;

4 分析含有难降解物质的工业废水时, 可在其排污口下游适当处取水样作为废水的驯化接种液。也可取中和或经适当稀释后的废水进行连续曝气, 每天加入少量该种废水, 同时加入少量生活污水, 使适应该种废水的微生物大量繁殖。当水中出现大量的絮状物时, 表明微生物已繁殖, 可用作接种液。一般驯化过程需 3~8 d;

5 若有几种稀释比所得数据皆符合培养 5 天后剩余 $DO \geq 2\text{mg/L}$ ，消耗 $DO \geq 2\text{mg/L}$ 所要求的条件，则几种稀释比的结果皆有效，以其平均值表示检验结果。若培养 5 天后消耗的溶氧量小于 2mg/L ，则有两种可能：一是稀释的倍数过大、另一个可能是微生物菌种不适应，活性差或含毒物质浓度过大。可能出现稀释倍数大的消耗溶解氧反而比稀释倍数小的消耗溶解氧的量较多的现象，这时一般选用最大的 BOD_5 。

6.4 pH 值

本条文规定了 pH 的测定方法。本方法的测定原理是 pH 值由测量电池的电动势而得。以玻璃电极为测量电极，饱和甘汞电极为参比电极，与样品组成工作电池， $25\text{ }^\circ\text{C}$ 时每相差一个 pH 单位（即氢离子活度 10 倍），工作电池产生 59.1mv 的电位差，以 pH 计直接读出。

6.4.1 试剂

- 1 在 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 时 pH 为 4.00 的标准缓冲溶液 A；
- 2 在 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 时 pH 为 6.86 的标准缓冲溶液 B；
- 3 在 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 时 pH 为 9.18 的标准缓冲溶液 C；

上述缓冲溶液可采用经中国计量科学研究院检定合格的袋装 pH 标准物质，按说明书配制而得。配制标准溶液所用的实验用水应使用煮沸并冷却且电导率小于 $2\mu\text{S/cm}$ 的蒸馏水，其 pH 以 6.7~7.3 之间为宜。标准缓冲液要在聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中密闭保存，在室温条件下标准溶液一般以保存 1 个月至 2 个月为宜，当发现有浑浊、发霉或沉淀现象时，不能继续使用。如若在 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱内存放，且用过的标准溶液不允许再倒回去，可延长使用期限。

6.4.3 此方法在测定时应注意以下事项：

1 电极在使用前应在 3.0mol/L KCl 中浸泡 24h 以上；

2 测定时，电极的玻璃球泡应全部浸入溶液中，但测定搅拌时要防止碰破；

3 测定溶液 pH 值时，应适当进行搅拌，以使溶液均匀和达到电学平衡，而在读数时，则应停止搅拌，静置片刻，以使读数稳定；

4 测定 pH 值用的电极在 $\text{pH} < 2$ 的酸性溶液中，pH 与电动势不呈直线关系，出现酸性误差，即 pH 的测量值比实际值偏高。 $\text{pH} > 10$ 时，产生钠差，测量值比实际值偏低，可使用与水样 pH 接近的标准缓冲液，对仪器进行校准，以减少误差；

5 为防止空气中二氧化碳溶入或水样中二氧化碳逸失，测定时再打开水样瓶盖；

6 玻璃电极表面受污染时，可用稀盐酸溶解无机盐污垢，用丙酮除去油污（但不能用无水乙醇）后再用实验用水清洗干净。按上述方法处理的电极应在 3.0mol/L KCl 中浸泡一昼夜再使用，然后再依次用自来水、去离子水冲洗干净。

6.5 总磷

本条文规定了总磷的测定方法。本方法的测定原理是在中性条件下用过硫酸钾消解水样，将所含磷全部氧化为正磷酸盐。在酸性介质中，正磷酸盐与钼酸铵反应，在钨盐存在下生成磷钼杂多酸后，立即被抗坏血酸还原，生成蓝色的络合物。取 25mL 样品，本方法的最低检出浓度为 0.01mg/L，测定上限为 0.6mg/L。

6.5.1 试剂

3 过硫酸钾, 50g/L 溶液: 将 5g 过硫酸钾 ($K_2S_2O_8$) 于水中, 并稀释至 100mL;

4 抗坏血酸, 100g/L 溶液: 溶解 10g 抗坏血酸 ($C_6H_8O_6$) 于水中, 并稀释至 100mL。此溶液贮存于棕色的试剂瓶中, 在冷处可稳定几周, 如不变色可长时间使用;

5 钼酸盐溶液: 溶解 13g 钼酸铵 [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$] 于 100mL 水中, 溶解 0.35g 酒石酸锑钾 ($KSbC_4H_4O_7 \cdot 1/2H_2O$) 于 100mL 水中, 在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加到 300mL (1+1) 硫酸中, 加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。如果将硫酸溶液加到钼酸铵溶液中, 可导致显色不充分。此溶液贮存于棕色试剂瓶中, 在冷处可保存 2 个月;

7 磷标准使用液: 将磷标准溶液用水稀释而得。

6.5.3 此方法在测定过程中应注意以下事项:

1 如果采样时水样用酸固定, 则用过硫酸钾消解前要将水样调至中性;

2 要保证水样和标准的显色时间、温度一致, 室温较高或较低时可适当缩短或延长显色时间。当室温低于 13℃ 时, 可在 20~30℃ 水浴中显色 15min;

3 显色溶液的酸度、钼酸铵浓度及还原剂用量与显色有关, 要控制试剂的加入量;

4 比色皿用后应以稀硝酸或铬酸洗液浸泡片刻, 也可用 10% 的乙醇盐酸溶液清洗, 以除去吸附的钼蓝显色物, 切忌浸泡时间勿过长, 否则会导致比色皿裂开;

5 所有玻璃容器都要用稀盐酸或稀硝酸浸泡，再用蒸馏水冲洗数遍。

6.6 总氮

本条文规定了总氮的测定方法。本方法的测定原理在 60℃ 以上水溶液中，过硫酸钾可分解产生硫酸氢钾和原子态氧，硫酸氢钾在溶液中离解而产生氢离子，故在氢氧化钠的碱性介质中可促使分解过程趋于完全。分解出的原子态氧在 120~124℃ 条件下，可使水样中含氮化合物的氮元素转化为硝酸盐，并且在此过程中有机物同时被氧化分解，可用紫外分光光度法于波长 220nm 和 275nm 处测定。测定中干扰物主要是碘离子和溴离子，碘离子相对于总氮含量的 2.2 倍以上，溴离子相对于总氮含量的 3.4 倍以上有干扰，某些有机物在本法规定条件下不能完全转化为硝酸盐时对测定有影响。当取样量为 10mL 时，本方法的最低检出浓度为 0.050mg/L，测定范围为 0.20~7.00mg/L。

6.6.1 试剂

1 无氨水：在 1000mL 蒸馏水中，加入 0.10mL 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)，并在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去前 50mL 馏出液，然后将馏出液收集在带有玻璃塞的玻璃瓶中或用新鲜蒸馏水代替；

2 碱性过硫酸钾溶液：称取 40g 过硫酸钾 ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 溶于水中，另称取 15g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于无氨水中，待氢氧化钠溶液冷却后，再将两者混合均匀，并稀释至 1000mL，溶液存放在聚乙烯瓶内，最长可贮存一周；

5 硝酸盐氮标准使用液，将硝酸盐氮标准溶液用无氨水稀释。

6.6.3 此方法在测定过程中应注意以下事项：

1 所用玻璃器皿可以用盐酸（1+9）或硫酸（1+35）浸泡，清洗后用无氨水冲洗数次；

2 测定悬浮物较多的水样时，在过硫酸钾氧化后可能出现沉淀。遇此情况，可吸取氧化后的上清液进行紫外分光光度法测定；

3 当测定接近检测限时，必须控制空白试验的吸光度 A 不超过 0.03，超过此值，否则要检查所用水、试剂、器皿是否合格及医用手提灭菌器的压力是否正常；

4 过硫酸钾溶液较难溶解，需用搅拌器搅拌溶解。由于温度过高会导致过硫酸钾分解失效，因此若采用水浴方式溶解，则温度应不超过 50℃，且应待氢氧化钠溶液温度冷却至室温后，再将其与过硫酸钾溶液混合、定容。

6.7 氨氮

本条文规定了氨氮的测定方法。本方法的测定原理是以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成红棕色络合物，该络合物的色度与氨氮的含量成正比，可用分光光度法测定。样品中含有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物或有机物时，会产生干扰，含有此类物质时，要作适当的预处理，以消除对测定的影响。当最大样品体积为 50mL 时，氨氮浓度可达 2mg/L，当样品体积为 50mL 时，使用光程长为 20mm 比色皿时，检出限为 0.025mg/L，测定下限为 0.10 mg/L。

6.7.1 试剂

1 无氨水：同总氮测定中无氨水的制备。

2 纳氏试剂一：二氯化汞-碘化钾-氢氧化钾（ $\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$ ）

称取 15g 氢氧化钾，溶于 50mL 水中，冷至室温；

称取 5g 碘化钾，溶于 10mL 水中，在搅拌下将 2.5g 二氯化汞（ HgCl_2 ）粉末分次少量加入碘化钾溶液中，直至溶液呈深黄色或出现淡红色沉淀溶解缓慢时，充分搅拌混合，并改为滴加二氯化汞饱和溶液。当出现少量朱红色沉淀不再溶解时，停止滴加；

在搅拌下，将冷的氢氧化钾溶液缓慢加入到上述二氯化汞和碘化钾的混合液中，并稀释至 100mL，于暗处静置 24h。倾出上清液，贮于聚乙烯瓶中，存放暗处。此试剂至少可稳定 1 个月；

3 纳氏试剂二：碘化汞-碘化钾-氢氧化钠（ $\text{HgI}_2\text{-KI-NaOH}$ ）

称取 16g 的氢氧化钠（ NaOH ），溶于 50mL 水中，冷至室温；

称取 7g 的碘化钾（ KI ）和 10g 碘化汞（ HgI_2 ），溶于水中，然后将此溶液在搅拌下缓慢加入到氢氧化钠溶液中，并稀释至 100mL，贮于聚乙烯瓶中，于暗处存放，有效期可达一年，但此试剂的空白值较高；

4 酒石酸钾钠溶液

称取 50g 酒石酸钾钠（ $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ），溶于 100mL 水中，加热煮沸，以驱除氨。充分冷却后定容至 100 mL。如果分析纯酒石酸钾钠铵盐含量较高，仅加热煮沸不能完全除去氨，此时应采用加入少量氢氧化钠溶液，煮沸蒸发掉溶液体积的 20%~30%，冷却后用无氨水稀释至原体积；

6 氨氮标准使用液：将氨氮标准溶液用无氨水稀释而得；

7 硫酸锌溶液 $\rho=100\text{g/L}$ ：称取 10g 硫酸锌（ $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，稀释至 100 mL。

8 氢氧化钠溶液 $\rho=250\text{g/L}$: 称取 25g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于水中, 冷至室温, 稀释至 100mL。

6.7.3 此方法在测定过程中应注意以下事项:

- 1 试剂空白的吸光度应不超过 0.030 (10mm 比色皿);
- 2 二氯化汞和碘化汞为剧毒物质, 避免经皮肤和口腔接触;
- 3 测定该项目时, 应注意环境的选择, 空气中不应有氨, 所有玻璃器皿应避免实验室空气中的氨的沾污;
- 4 所配制的任何试剂, 若有沉淀应过滤除去 (若用滤纸过滤, 应用无氨水将滤纸洗净)。

6.8 色度

本条文规定了色度的测定方法。本方法的测定原理是将样品用蒸馏水稀释至用目视比较与光学纯水相比刚好无法区别时的稀释倍数作为表达颜色的强度, 单位为倍。同时用目视观察样品, 检查颜色性质: 颜色的深浅 (无色、浅色或深色), 色调 (红、橙、黄、绿、蓝和紫等), 如果可能包括样品的透明度 (透明、浑浊或不透明), 用文字予以描述。结果以稀释倍数值和文字描述相结合表达。

6.8.3 稀释的方法: 样品的色度在 50 倍以上时, 用移液管定量吸取水样于容量瓶中, 用光学纯水稀至标线, 每次取大的稀释比, 使稀释后色度在 50 倍之内。

样品或样品经稀释至色度 50 倍以内时, 应在具塞比色管中加入稀释后的样品 25mL, 用光学纯水稀至标线, 每次稀释倍数为 2。

样品或样品经稀释至色度很低时, 应自具塞比色管倒至量筒适量样品并计量, 然后用光学纯水稀至标线, 每次稀释倍数小于 2, 记下

各次稀释倍数值。

6.9 悬浮物

本条文规定了悬浮物的测定方法。当水样体积为 100mL 时，本方法的最低检出浓度为 5mg/L。

6.9.3~6.9.4 此方法在测定过程中应注意以下事项：

1 滤膜或坩埚上截留过多的悬浮物可能夹带过多的水份，除延长干燥时间外，还可能造成过滤困难，遇此情况，可酌情少取试样。滤膜或坩埚上悬浮物过少，则会增大称量误差，影响测定精度，必要时，可增大试样用量。一般以 5~100mg 悬浮物量做为量取试样体积的实用范围；

2 称重应当待滤器或蒸发皿充分冷却后进行，同时动作尽量快，以保证恒重；

3 漂浮或浸没的不均匀固体不属于悬浮物，应从采集的水样中除去。

6.10 粪大肠菌群

6.10.1 本条文规定了粪大肠菌群多管发酵法的测定方法。粪大肠菌群是总大肠菌群中的一部分，主要来自粪便。在温度为 44.5℃ 时能生长并发酵乳糖产酸产气的大肠菌群称为粪大肠菌群。用提高培养温度的方法，造成不利于来自自然环境的大肠菌群生长的条件，使培养出来的菌主要为来自粪便中的大肠菌群，从而更准确地反映出水质受粪便污染的情况。多管发酵法是以最可能数（most probable number）简称 MPN 来表示试验结果的。实际上它是根据统计学理论，估计水体中

的大肠杆菌密度和卫生质量的一种方法。如果从理论上考虑，并且进行大量的重复检定，可以发现这种估计有大于实际数字的倾向。不过只要每一稀释度试管重复数目增加，这种差异便会减少。

1 培养基

1) 单倍乳糖蛋白胨培养液：

称取购买的乳糖蛋白胨培养基 23.0g，溶于 1L 蒸馏水，加热煮沸至完全溶解，分装于含有倒置小玻璃管的试管中（每管 10ml），于高压蒸汽灭菌器中，在 115℃ 灭菌 20min，待冷至常温后贮存于冰箱中备用，当培养液颜色变化，或体积变化明显时废弃不用。

2) 三倍乳糖蛋白胨培养液：

称取购买的乳糖蛋白胨培养基 69.0g，溶于 1L 蒸馏水，加热煮沸至完全溶解，然后分装于含有倒置小玻璃管的试管中（每管 5ml），即得三倍浓缩的乳糖蛋白胨培养液。

3) EC 培养液：

称取购买的 EC 培养基 37.05g，溶于 1L 蒸馏水，加热煮沸至完全溶解，分装于含有倒置小玻璃管的试管中每管 10ml，于高压蒸汽灭菌器中，在 115℃ 灭菌 20min，待冷至常温后贮存于冰箱中备用，当培养液颜色变化，或体积变化明显时废弃不用。

6.10.2 本条文规定了粪大肠菌群滤膜法的测定方法。本方法的测定原理是滤膜是一种微孔性薄膜。将水样注入已灭菌的放有滤膜（孔径 0.45 μ m）的滤器中，经过抽滤，细菌即被截留在膜上，然后将滤膜贴于 M-FC 培养基上，44.5℃ 温度下进行培养，计数滤膜上生长的此特性的菌落数，计算出每 1L 水样中含有粪大肠菌群数。

1 培养基

M-FC 培养基:称取购买的 M-FC 培养基 52.2g,溶于 1L 蒸馏水,加热煮沸至完全溶解,冷至 50 ℃ 左右,倾至平皿,待凝固后放至冰箱备用,当培养液颜色变化,或体积变化明显时废弃不用。

7 污泥检测

7.2 混合液悬浮物固体 (MLSS)

本条文规定了混合液悬浮固体的测定方法。混合液悬浮固体是指曝气池中的污水和活性污泥混合后的混合液悬浮固体数量，单位为 mg/L,也有称混合液污泥浓度的。它是计量曝气池中活性污泥数量多少的指标。

7.3 混合液挥发性悬浮物固体 (MLVSS)

本条文规定了混合液挥发性悬浮固体的测定方法。混合液挥发性悬浮固体是指混合液悬浮固体中有机物的重量。

7.4 污泥沉降比 (SV%)

本条文规定了污泥沉降比的测定方法。由于正常的污泥在静沉 30 分钟可接近它的最大密度，故污泥沉降比可以反映曝气池正常运行时的污泥量，可用于控制剩余污泥的排放。

7.5 污泥指数 (SVI)

本条文规定了污泥指数的测定方法。污泥指数值 (SVI) 能较好地反映出活性污泥的松散程度 (活性) 和凝聚、沉淀性能，一般在 100 左右。SVI 值过低，说明泥粒细小紧密，无机物多，缺乏活性和吸附能力；SVI 值过高，说明污泥难于沉降分离，即将膨胀或已经膨胀。

7.7 污泥 pH 值

本条文规定了污泥的 pH 值的测定方法。本方法的测定原理是用无二氧化碳水浸泡污泥样品，最终使污泥中的 $[H^+]$ 完全转化至水中，达到液固平衡后，测定此时的 pH 值。脂肪酸盐、油状物质、悬浮物或沉淀物能覆盖于玻璃电极表面，致使反应迟缓，可采用延长响应时间及充分搅拌溶液来消除其影响。

7.7.1 试剂

- 1 在 25℃ 时 pH 为 4.00 的标准缓冲溶液 A;
- 2 在 25℃ 时 pH 为 6.86 的标准缓冲溶液 B;
- 3 在 25℃ 时 pH 为 9.18 的标准缓冲溶液 C;

上述缓冲溶液可采用经中国计量科学研究院检定合格的袋装 pH 标准物质，按说明书配制而得。配制标准溶液所用的实验用水应使用煮沸并冷却且电导率小于 $2\mu S/cm$ 的蒸馏水，其 pH 以 6.7~7.3 之间为宜。标准缓冲液要在聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中密闭保存，在室温条件下标准溶液一般以保存 1 个月至 2 个月为宜，当发现有浑浊、发霉或沉淀现象时，不能继续使用。如若在 4℃ 冰箱内存放，且用过的标准溶液不允许再倒回去，可延长使用期限。

7.8 有机物含量

本条文规定了污泥的有机物含量的测定方法。本方法的测定原理是将混合均匀的污泥样品，放在已恒重的瓷蒸发皿内，先将水分大的样品放置于水浴锅上蒸干，然后放进烘箱内烘至恒重，含水量少的样品或干燥样品直接放入箱烘中烘至恒重，再将它放进马弗炉内灼烧。

根据公式计算有机物含量。用有机物含量可以间接评价污水中有机物污染的程度，对污泥的处理及利用也具有重要意义。在马弗炉中灼烧 1h 应视样品灼烧的完全程度，时间可适当延长或缩短。

8 数据整理与处理

8.1 原始记录

8.1.1~8.1.7 本条文规定了原始记录的相关要求。在监测工作中，不仅要准确地进行测定，还应当正确地进行数据记录和计算。所记录的数据结果，不仅要反映测量值的大小，还要反映测量值的准确程度。常用有效数字来体现测量值的可信程度，同时还要保持原始记录信息量的完整，以保证检测值的复现。正确地记录原始数据、运用有效数字及其计算规则，不仅是分析人员的基本技能，还关系到测量结果的质量保证。因此，分析人员应重视由检测获取的原始数据的记录和运算整理。

1 监测过程的原始记录包括污水和污泥现场采样、样品保存、样品运输、样品交接、样品处理和实验室分析的各项原始记录，它是监测工作的重要凭证，是监测过程中各种监测数据的唯一真实记录。

2 原始记录的内容包括监测流程中的各种受控参数、状态条件、测定结果及计算公式等，根据这些信息量能再现体积、稀释倍数、测定值、计算公式、检测结果等内容。

3 原始记录的杆改方式是指在错误数据上画两道横线，加盖修改人印章，并在上方填写正确数据。

4 记录原始数据时的有效数字的位数应根据计量器具的精密程度及分析仪器的刻度值确定，不得任意添加和删除。

5301

四位有效数字

3 小数中最后一个非零数字后的“0”是有效数字，例如：

3.9800

五位有效数字

0.390%

三位有效数字

4 以“0”结尾的整数，有效数字的位数难以判断，例如：39800 可能是三位、四位甚至五位有效数字。在此情况下，应根据测定值的准确程度改写成指数形式，例如：

3.89×10^4

三位有效数字

3.9800×10^4

五位有效数字

8.2.2 本条文规定了数字修约和有效数字的运算的规则。现将一些修约规则举例如下：

1 进舍规则：四舍六入五留双

1) 拟舍弃数字的最左一位数字小于 5，则舍去，保留其余各位数字不变；

例如：将 12.1498 保留两位有效数字，得 12；将 12.1498 保留三位有效数字，得 12.1。

2) 拟舍弃数字的最左一位数字大于 5，则进一，即保留数字的末位数字加 1；

例如：将 12.68 保留两位有效数字，得 13。

3) 拟舍弃数字的最左一位数字为 5，且其后有非 0 数字时进一，即保留数字的末位数字加 1；

例如：将 10.45002 保留三位有效数字，得 10.5。

4) 拟舍弃数字的最左一位数字为 5, 且其后无数字或皆为 0 时, 若所保留的末位数字为奇数 (1, 3, 5, 7, 9) 则进一, 即保留数字的末位数字加一; 若所保留的末位数字为偶数 (0, 2, 4, 6, 8), 则舍去。

例如: 0.1235 保留三位有效数字, 得 0.124; 1.050 保留两位有效数字, 得 1.0; 0.1645 保留三位有效数字, 得 0.164。

2 不允许连续修约

例: 6.549 修约至两位有效数字

正确的做法: $6.549 \rightarrow 6.5$; 不正确做法: $6.549 \rightarrow 6.55 \rightarrow 6.6$

3 当对标准偏差进行修约时, 无论所保留的位数后的数值是多少, 均要往前进位, 使标准偏差的结果变差, 从而提高可信度

例: $s = 0.134 \rightarrow$ 应修约至 0.14, 可信度提高。

4 在小数的加减计算中, 各近似值保留的位数要比各数值中的小数点后位数最少者多一位, 而计算结果的位数则和小数点后位数最少者相同。

例如: $508.4 - 438.68 + 13.046 - 6.0548 \approx 508.4 - 438.68 + 13.05 - 6.05 = 76.72$

最后结果只保留一位小数, 为 76.7

5 计算结果的有效位数要与各近似值中有效数值位数最少者相同。及: 先将各近似值修约至比有效数字位数最少者多保留一位有效数字, 再将计算结果按上述规则处理。

例如: $0.0676 \times 70.19 \times 6.50237$

$\approx 0.0676 \times 70.19 \times 6.502 = 30.850975688$

最后的计算结果用三位有效数字表示为 30.9

9 质量控制

9.2 仪器管理与定期检查

9.2.1 技术档案的内容应包括：订货合同，使用和维修说明书，验收报告，定期的检验记录等。

9.2.2 仪器每次检验、维护、使用均应有记录。仪器设备如有故障，应立即停止使用，并加以明显标识直至修复，修复的仪器设备必须经过检定、校准等方式证明其功能指标已恢复。

9.3 分析实验室的基础条件和配置

9.3.2 为了满足水质检测项目的检测需求，应设立天平室、理化分析室、仪器室、微生物室及仓库等独立功能室；上述独立功能室中天平室应配置除湿装置，微生物室应配置消毒系统及缓冲间，仓库建议应配置保险柜以保存剧毒药品。

9.3.6 取用固体试剂时要用干净的药匙，遵循“量用为出，只出不进”的原则，固体试剂应放在称量纸或玻璃器皿上称量，取用后及时盖上瓶塞，防止试剂被沾污；取用液体试剂时，必须把试剂倒在洁净的容器中再吸取使用，倒出的试剂不得再倒回原瓶；不应将固体试剂与液体试剂混合贮放；经常检查试剂质量，一经发现变质、失效的试剂应及时废弃。化学试剂的储藏室必须防潮、防火、防爆、防毒、避光和通风。

9.4 标准溶液、工作溶液的配制及使用规定

9.4.2 对于稀溶液中不稳定的物质，应先配制浓度较高的贮备标准溶液，使用前再按分析方法的要求稀释成工作标准溶液。配制好的标准溶液应使用能密塞的硬质玻璃瓶或塑料瓶贮存，不得长期保存在容量瓶中。贮备标准溶液（水溶液）应在低温保存，用前充分摇匀，适量倾出于干燥洁净的容器中，置室温下平衡温度后使用。剩余部分应即弃去，不得倾回原瓶。工作标准溶液应在每次实验时现行稀释，一次性使用不宜保留。用有机溶剂配制的贮备标准溶液不宜长期大量存放冰箱内，以免相互污染或发生危险。对光敏感的物质，其贮备标准溶液应装贮在棕色容器内，密塞后保存于阴凉、避光处。

9.4.3 盛装标准溶液和工作溶液容器的标签上必须准确标注溶液名称、化学式、浓度、浓度表示方式、配制日期、有效期和配制人姓名。

9.4.4~9.4.5 应随时检查发现溶液有变质或可疑情况（如瓶口破损、瓶塞松动、标签模糊、涂改或损毁、溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等异常现象），以及使用期限过期时，应立即废弃不用，重新配制。

9.5 实验室内部质量控制

9.5.3 平行样测定结果的相对偏差在方法允许范围内为合格；若方法无规定，则一般要求 $\leq 5\%$ ；对于检测的结果小于检出限的样品，可不做平行样。平行双样相对偏差的计算公式：

$$\text{平行样相对偏差 (\%)} = \frac{A-B}{A+B} \times 100\% \quad (9.5.3)$$

式中：

A、B——同一水样两次平行测定的结果

9.5.4 检测加标回收率时加标量约相当于待测组分含量的 0.5~2 倍，加标后的测定值不超出方法的测定上限的 0.9 倍，如待测的组分在最低检出限以下，则按方法的最低检出限的 3~5 倍加标。加标后样品体积应无显著变化，否则在计算回收率时应考虑这项因素。加标回收率的计算公式：

$$\text{加标回收率} = \frac{\text{加标试样测定值}-\text{试样测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%$$

(9.5.4)

回收率可按方法规定的水平进行判断。若方法无规定，一般要求在 95%~105%之间。

9.5.6 在比对实验过程中，当测定值均与保证值相符时，则认为工作质量是可靠的；若测定值均与保证值不相符时，则应查找原因，并重新分析样品。