**** CECS ×××: 2021

|  |
| --- |
|  |

中国工程建设协会标准

**城镇供水水质检测移动实验室**

**应用技术指南**

**Mobile laboratory application guidelines for detection water quality in urban water supply**

中国工程建设协会标准

**城镇供水水质检测移动实验室**

**应用技术指南**

**Mobile laboratory application guidelines for detection water quality in urban water supply**

CECS ×××: 2021

主编单位：中国城市规划设计研究院

批准部门：中国工程建设标准化协会

试行日期：2021年x月x日

前 言

根据中国工程建设标准化协会《关于印发<2019年第一批协会标准制订、修订计划>的通知》（建标协字[2019]12号）的要求，编制组经过广泛调查研究，认真总结实践经验，参考国内外的先进经验，并在广泛征求意见的基础上，制订本指南。

本指南共分10章，主要技术内容包括：总则、基本要求、人员、设施与环境、设备、试剂耗材、检测方法、质量控制、记录、环境保护与实验室安全。

本指南的某些内容可能直接或间接涉及专利，本指南的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本指南由中国工程建设标准化协会归口管理，由中国城市规划设计研究院负责具体技术内容的解释。本标准在执行过程中如有意见或建议，请将有关资料和建议寄送解释单位（地址：北京市海淀区三里河路9号北配楼；电话：58323345）。

主编单位： 中国城市规划设计研究院

参编单位： 山东省城市供排水水质监测中心

国家城市供水水质监测网武汉监测站

国家城市供水水质监测网南京监测站

国家城市供水水质监测网深圳监测站

聚光科技（杭州）股份有限公司

国家城市供水水质监测网广州监测站

国家城市供水水质监测网郑州监测站

国家城市供水水质监测网乌鲁木齐监测站

国家城市供水水质监测网上海监测站

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 主要起草人： |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| 主要审查人： |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

目 次

[前 言 i](#_Toc66807502)

[第一章 总则 1](#_Toc66807503)

[第一节 编制目的 1](#_Toc66807504)

[第二节 适用范围 1](#_Toc66807505)

[第三节 基本原则 1](#_Toc66807506)

[第二章 基本要求 2](#_Toc66807507)

[第三章 人员 3](#_Toc66807508)

[第一节 人员配备 3](#_Toc66807509)

[第二节 人员培训 4](#_Toc66807510)

[第四章 设施与环境 6](#_Toc66807511)

[第一节 一般要求 6](#_Toc66807512)

[第二节 设施分类、标识和档案 6](#_Toc66807513)

[第三节 设施使用要求 7](#_Toc66807514)

[第四节 设施维护保养 10](#_Toc66807515)

[第五章 设备 13](#_Toc66807516)

[第一节 一般要求 13](#_Toc66807517)

[第二节 设备配置、档案 13](#_Toc66807518)

[第三节 设备的安装、运输与使用 14](#_Toc66807519)

[第四节 设备的检定、校准与核查 15](#_Toc66807520)

[第五节 设备的维护、维修与存储 16](#_Toc66807521)

[第六章 试剂耗材 17](#_Toc66807522)

[第一节 一般要求 17](#_Toc66807523)

[第二节 验收与核查 17](#_Toc66807524)

[第三节 贮存与运输 18](#_Toc66807525)

[第四节 使用与评价 18](#_Toc66807526)

[第七章 检测方法 20](#_Toc66807527)

[第一节 方法选择 20](#_Toc66807528)

[第二节 方法验证与确认 21](#_Toc66807529)

[第三节 方法偏离 22](#_Toc66807530)

[第八章 质量控制 23](#_Toc66807531)

[第一节 一般要求 23](#_Toc66807532)

[第二节 样品采集 23](#_Toc66807533)

[第三节 样品检测 24](#_Toc66807534)

[第四节 数据处理 25](#_Toc66807535)

[第九章 记录 26](#_Toc66807536)

[第一节 记录的分类 26](#_Toc66807537)

[第二节 记录的生成 26](#_Toc66807538)

[第三节 记录存储 27](#_Toc66807539)

[第四节 记录的传输 28](#_Toc66807540)

[第五节 数据安全 28](#_Toc66807541)

[第十章 环境保护与实验室安全 30](#_Toc66807542)

[第一节 环境保护基本规定 30](#_Toc66807543)

[第二节 危险废物管理 30](#_Toc66807544)

[第三节 安全管理规定 31](#_Toc66807545)

[附录A 城镇供水水质检测移动实验室工作流程 34](#_Toc66807546)

[附录B 城镇供水水质检测移动实验室样品采集与保存技术 35](#_Toc66807547)

[附录C 金属指标的测定 电感耦合等离子体质谱法 37](#_Toc66807552)

[附录D 挥发性有机物的测定 吹脱捕集/气相色谱-质谱法 42](#_Toc66807567)

[附录E 马拉硫磷的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法 47](#_Toc66807588)

[附录F 阿特拉津的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法 52](#_Toc66807615)

[附录G 致嗅物质的测定 固相（微）萃取/气相色谱-质谱法 56](#_Toc66807641)

[附录H 林丹的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法 64](#_Toc66807695)

[附录I 2,4-滴、灭草松的测定 固相萃取/液相色谱法 68](#_Toc66807722)

[附录J 亚氯酸盐、氯酸盐的测定 离子色谱法 73](#_Toc66807749)

[附录K 挥发酚、氰化物的测定 连续流动法 78](#_Toc66807771)

[附录L 氨氮的测定 现场测定法 83](#_Toc66807794)

[附录M 总大肠菌群的测定 酶底物法 86](#_Toc66807805)

[附录N 参考资料 89](#_Toc66807825)

# 总 则

## 编制目的

为规范移动实验室在城镇供水水质检测活动中的应用，提高移动实验室检测数据的准确性，保证移动实验室安全，进一步提高移动实验室管理水平，为《城镇供水水质检测移动实验室》（T/CECS ×××××-202×）的科学实施提供指导，制定本指南。

## 适用范围

本指南适用于利用陆地使用的移动实验室对城镇供水及其水源水的水质检测，可供城镇供水主管部门、供水单位、检验检测机构利用移动实验室在城镇供水应急救援、重大活动、水质抽查及日常监测工作中开展水质检测时参考使用。

## 基本原则

协调性。注重与国家、行业及其他相关标准相协调，针对城镇供水水质检测的要求，为移动实验室在城镇供水全流程水质检测中的实际应用提供技术指导。

科学性。根据我国移动实验室的技术发展水平，结合城镇供水行业水质检测移动实验室的配置水平和实际应用现状，经过多个实验室在不同地区与不同环境条件下的测试与验证试验而制定。

适用性。按照“平战结合、因地制宜”的原则，实现技术先进、经济合理、安全可靠和可操作性相统一，确保指南的适用性。

可扩展性。针对我国城镇供水水质污染事故污染物类型复杂多样、特征污染物不明确等特点，本指南的编制过程中充分考虑可检测水质指标的可扩展性，使越来越多技术先进、应用成熟的便携式或车载设备在城镇供水水质移动实验室中得到推广应用。

# 基本要求

为满足在可移动的设施和环境中进行水质检测的质量保证要求，移动实验室应建立对资源、过程及管理的规范性要求，并在实施全过程中对关键要素、不可控因素及外部条件的适用程度和变化影响进行及时评估，以确保移动实验室的数据准确、运行安全。

移动实验室建立并保持有效的质量管理体系，明确质量方针、目标和总体目标，制定质量文件和质量记录，质量管理体系应覆盖移动实验室内部以及与其检测和抽样活动有关的所有场所。

移动实验室应建立健全常态与非常态相结合的管理体制，将移动实验室监测与固定实验室日常检测高效合理地结合，并构建专兼配合、资源整合的应急监测工作机制。移动实验室应制定突发事件应急预案，定期针对应急预案进行应急演练。

# 人 员

## 人员配备

为确保移动实验室日常管理和应急响应机制有效运转，根据移动实验室的监测能力，配置数量合理、队伍稳定的管理人员、技术人员和辅助人员。移动实验室的人员既可为固定人员，也可由固定实验室人员兼任。对检测结果有重要影响的关键岗位应有替补制度，建立A、B岗工作机制。

一、 人员配置

根据移动实验室的特性，人员可分为管理人员、检测人员和保障人员。

移动实验室在配备人员时，应考虑操作空间、操作位置、操作位移量、人机界面状况、人员之间操作动作的干涉程度等人体活动空间要求，确保人员能够顺利有效开展工作。

1. 管理人员

管理人员包括技术管理人员和质量管理人员。

移动实验室管理人员统筹组织日常管理，应具有中级及以上的技术职称，并具备不少于5年的相关专业工作经验。

1. 检测人员

检测人员包括采样员、检测员、质量监督员。

检测人员应具备所负责范围的专业知识、技能和经验，包括但不限于以下内容：

1. 城镇供水水质检测技术基本理论与具体实验规范；
2. 移动实验室活动所依据的标准、规程或规范；
3. 移动实验室检测设备设施使用、维护、期间核查等操作；
4. 移动实验室活动质量控制要求；
5. 移动实验室数据控制和信息管理要求；
6. 人员安全防护及环境保护要求；
7. 应急应变处置培训及演练经验。
8. 保障人员

保障人员包括驾驶员、电气工程技术员、通讯联络员和应急相关人员。

二、 能力要求

移动实验室人员应具备完成城镇供水监测工作所需要的知识、技能和素养，检测人员和保障人员应熟悉移动实验室的设计、结构、专用设备设施维修维护、安全防护、备品备件更换等相关知识，并具备应急处置演练或实践经验。

移动实验室人员经考核合格、资格确认后持证上岗，并通过培训、有效性评价、持续技术能力再评价等方式确认人员的技术能力有效保持。

三、劳动保护

由于移动实验室的空间限制、工作环境等条件限制，应建立职业安全健康保障机制，检测人员的连续工作时间不宜超过4～6小时，驾驶员的工作时长应按照《道路交通安全法》的相关要求执行。若预判工作时长可能较长时，应预先安排替换人员。

## 人员培训

移动实验室人员的技术能力应经过与其从事的实验室工作相适应的专业化、针对性教育和培训，以确保人员具备授权范围内技术能力的有效保持。

一、计划及落实

管理人员应制定并落实年度培训计划，培训内容应包括标准规范、质量控制、检测工作全过程、辅助专业和应急处置等，确保移动实验室人员及时掌握城镇供水应急预案要求、水质检测标准规范及移动实验室仪器设备操作等相关知识。

二、培训方式

培训可采取理论授课、实践操作、案例分析、学术讲座、经验交流、专题研讨会等形式，充分利用视频、广播电视、远程教育等方式，并定期通过内部考核、能力验证、实验室间比对、执业资格考核、应急演练等方式考察培训效果。

三、 培训记录

移动实验室应保存人员培训记录并纳入人员技术档案管理，培训记录中应包括培训时间、地点、组织单位、授课对象、培训内容、培训考核结果和培训评价等内容。

# 设施与环境

## 一般要求

为确保环境条件符合检测工作的要求，移动实验室需配备足够的设施以满足在不同外部条件下保持检测环境的稳定，建立环境条件的评估、监控和记录程序，对可能影响检测结果的不利环境要素进行评估和监控，并在检测过程中记录内外部环境条件和调控参数。

为确保检测结果的有效性，移动实验室应将不相容活动的区域进行有效隔离，空间条件受限时应规定在时间上采取有效的隔离措施。当外部环境恶劣，移动实验室检测环境难以通过设施调控满足要求时，应等待条件改善或在时间或空间上实施隔离后再进行检测。移动实验室需对检测区域进行控制，制定程序并采取措施确保良好的内务。当环境条件稳定后，尽量减少人员进出，禁止一切与检测工作无关的物品进入试验区域，最大程度降低环境条件对检测工作的影响

移动实验室的环境监控程序和设施配置在日常运行和应急监测等实践中总结问题、积累经验，不断的完善管理制度，优化配置结构，持续提高移动实验室环境条件的保障水平。

## 设施分类、标识和档案

移动实验室应根据设施的功能和用途进行分类管理，见表4-1，并建立设施的标识和档案。

一、标识

移动实验室的设施标识包括以下内容：

1．设施名称、型号；

2．唯一性编号；

3．设施的使用状态（正常或停用）；

4．设施的负责人、联系方式；

5．设施的启用日期、最近一次维护日期。

二、档案

移动实验室的设施档案通常包括以下内容：

1．设施的说明书；

2．设施的安装验收记录；

3．设施的操作手册；

4．施的维护记录、使用记录、维修记录。

表4-1 移动实验室设施分类一览表

| 序号 | 设施分类 | 常见设施 | 功能/用途 |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | 载具 | 符合GB/T 33253-2016《移动实验室 载具通用技术规范》规定的各类机动车辆。 | 用于承载和（或）运送移动实验舱及相关装置。 |
| 2 | 移动实验舱 | 符合GB/T 29477-2012《移动实验室 实验舱通用技术规范》规定的各类移动实验舱。 | 用于承载移动实验室人员、设备及相关专业设施的舱体，能为正常开展检测、校准或科学实验等活动提供适宜的作业环境 |
| 3 | 照明、供电设施 | 灯具、发电机、UPS电源、线缆、配电控制柜、防雷接地系统等。 | 满足不同供电条件下移动实验室用电需求和用电安全。 |
| 4 | 供排水设施 | 水泵、水箱、液位计、水管、废液收集桶等。 | 满足不同供电条件下移动实验室一般用水和污水收集。 |
| 5 | 供气设施 | 高压气瓶、气体发生器、减压阀、管路、阀门、报警器等。 | 满足移动实验室用气需求。 |
| 6 | 温湿度调节、监控设施 | 空调、加热设备、除湿机、加湿器、温湿度计等。 | 移动实验舱内部的温度、湿度和空气质量的调节和监控。 |
| 7 | 通风设施 | 风机、通风橱、万向罩、排风扇等。 | 保障移动实验舱内的空气流通，尽快排出废气或有害气体。 |
| 8 | 冷冻冷藏设施 | 冷藏箱、冷冻柜、保温箱等。 | 样品、标物及试剂的低温储存。 |
| 9 | 实验台柜 | 实验操作台、储物柜、实验凳等。 | 承载设备，提供实验操作空间。 |
| 10 | 舱外设施 | 调平装置、液压尾板、舱梯、抗雨雪帐篷、遮阳棚等。 | 停驻时保持移动实验舱稳固、减少震动，提供移动实验舱外的操作和储存空间。 |

## 设施使用要求

移动实验室各项设施应由授权经培训并通过考核的人员负责各项设施的使用和维护，严禁非授权人员操作设施。各类设施的使用要求具体如下：

一、 载具

1．应优先停驻在宽阔、平坦、硬质的地面上，并确保周围无安全风险。

2．停驻位置应便于获取市政供电、自来水等保障资源。

3．不宜距离采样地点过远。

4．承重不应超过额定载荷。

二、 移动实验舱

1．移动实验舱内环境条件稳定后应减少舱门、舱窗的频繁开启。

2．可围绕移动实验舱，充分利用帐篷、遮阳棚等设施，可将对环境条件无特殊要求的检测工作移至舱外开展。

三、 供电设施

1．优先选用市政供电接入移动实验室，同时准备好发电机和/或UPS电源作为备用电源。

2．尽量避免外接线缆横穿马路布设，无法避免时，应覆盖减速带等保护措施。

3．不具备接入市政供电条件时，可采用发电机和UPS电源交替供电，此种情况下应关闭不必要的设备以减少电路负载。

4．合闸供电前应确保接地系统有效，如土壤干燥导致接地电阻过大，应使用降阻剂或盐水来减小接地电阻。

5．接入外部电源前，载具应先熄火；载具移动前，应先断开外部电源。

6．阴雨天应加设防雷系统。

7．断电时，先关闭大功率设备，再断开各分路开关，最后断开总电源和线缆。

四、 供排水设施

1．优先取用市政自来水作为一般用水。

2．应节约用水并注意用水安全，避免跑水、漏水导致的安全事故。

3．废水收集设施应及时检查、更换，避免废水外溢。

4．外部环境温度较低时应注意设施防冻。

五、 供气设施

1．开启时，应将减压阀调至满足要求的压力范围，检查管路无漏气后再打开连通仪器的阀门。

2．关闭时，应按总阀门、减压阀、仪器阀门的顺序依次关闭。

3．不同气体管路应设置明显标识，避免错接。

六、 温湿度调节和监控设施

1．移动实验室供电稳定后，应优先开启空调、加热器、除湿机或加湿器等环境调控设施，将移动实验舱内的温度调节至15℃～25℃，湿度调节至20%～60%。

2．检测工作开始前，应通过温湿度计等确认检测区域内的温度、湿度等环境监控要素稳定满足要求。

3．检测工作过程中，应设置合理的时间间隔，连续监测并记录检测区域内的环境监控要素。

七、 通风设施

1．加热或产生有毒、有害气体的实验应在通风橱内进行，并保持检测过程中该位置的通风设施持续开启。

2．发热或有废气产生的仪器运行时，应调整万向罩对相关位置进行排气通风。

八、 冷冻冷藏设施

1．停驻时优先使用外接电源供电，行驶途中应由载具电瓶供电，以持续保障存储温度。

2．严禁在冷冻冷藏设施内储存未密封的药剂。

3．运行过程中应避免频繁或长时间开启柜门。

九、 实验台柜

1．应及时清洁，保持良好的内务，避免腐蚀。

2．利用实验台柜运输或贮存设备、物资时，应采用绑带等固定装置进行加固。

十、 舱外设施

1．调平装置：载具停驻后，应尽快打开调平装置或用其他方式使移动实验舱稳固。场地条件受限时，可选择将能与地面完全接触的支脚打开。载具移动前，应确定调平装置已全部收回并关闭电源。

2．液压尾板：液压尾板应授权专人经培训后操作。工作时，禁止超载或人货同载。不应在坡度较大、质地松软或有障碍物的地面使用液压尾板。

3．抗雨雪帐篷、遮阳棚：展开时顶部应设置约30度倾角，确保雨雪能够快速排走，避免积压造成超重垮塌。

## 设施维护保养

1. 总体要求

根据设施的维护保养周期、方式和目的不同，可分为日常维护保养、定期维护保养和特定维护保养。

1．日常维护保养

主要以目视检查的方式对各项设施的状态进行确认，并通过清洁保持良好的内务。

2．定期维护保养

主要以试运行的方式确认各项设施的状态，并通过紧固、更换配件等保持设施的良好状态。

3．特定维护保养

根据设施实际使用情况和工作需求，在执行任务前或任务结束后，对特定设施进行必要的维护和保养。

二、 载具

1．可参照《道路运输车辆技术管理规定》（中华人民共和国交通运输部令2019年第19号）进行维护和保养。

2．如需长期停驻时，停驻地点应选取在具备维护保养条件的车库内。

三、 移动实验舱

每月或任务前，应进行以下操作：

1．检查各处舱门、舱窗是否能够正常锁闭，如不能满足密封要求，应及时维修或更换锁具；

2．检查各处接缝密封性是否良好，如不能满足要求，应及时维修或更换密封条；

3．检查舱体外粘贴的反光条和标识是否完好，如有破损或遗失，应及时修补；

4．检查安全锤是否齐备，如有缺失，应及时补齐；

5．对移动实验舱进行全面清洁。

四、 供电设施

1．每周为载具的电瓶充电，且不低于1小时。

2．每月或使用前，检查外接线缆是否完好，发现老化或损坏应及时更换。

3．每月启动供电设施检查是否能够正常运行，运行时间不低于2小时。

4．每3个月对UPS电源进行一次充分的放电与充电操作，以延长UPS电池寿命。

5．长途运输或长时间运行后，对元件进行紧固。

6．保持清洁，防止灰尘积累。

五、 供排水设施

1．使用后及时清洗并清空水箱，防止冬季结冰、夏季长藻。

2．每周或使用前，检查储水设施和水管是否有泄漏或堵塞现象。

3．每周或使用前，检查液位计、报警器是否正常。

六、 供气设施

1．每月或使用前，在管路气体充盈的状态下保持1~2小时，检查各接头、阀门、减压表处是否有漏气现象。

2．每周或使用前，检查减压阀，根据压力示数判断气体余量，及时更换气瓶。

七、 温湿度调节和监控设施

1．每月或使用前，检查设施的进、出风口是否通畅。

2．每月或任务前，清洗空调滤网和散热片，当使用频繁或工作场所环境较差时，应适当增加清洗频率。

3．每月运行相关设施并记录移动实验舱内外温湿度差和调节到适宜温湿度所需的时间，为执行任务中控制时间积累相关经验。

4．每年至少进行一次全面的维修保养。

5．温湿度计等环境监控设施至少每年应检定一次。

八、 通风设施

1．每周或使用前，检查运行时是否有异响，清理风口处异物。

2．每周或使用前，关键位置风速是否满足要求。

3．每周或使用前，运行噪音是否满足要求。

九、 冷冻冷藏设施

1．每周或使用前，清洁内部，避免腐蚀。

2．每月或使用前，清洁冷凝器，如发现结霜应尽快处理，避免影响制冷效果。

十、 实验台柜

1．每次使用后，应清理台面上摆放的各类物品并保持整洁。

2．不应长期在柜体内储存化学药剂等有泄露、腐蚀安全风险的物资。

3．定期或在长途运输后对连接部件进行紧固。

十一、 舱外设施

1．检查调平装置的收支是否顺畅，有无漏液现象，四个支点是否能与地面完全接触。

2．检查舱梯是否牢固，并在使用后及时清洁脚踏，避免打滑。

3．检查抗雨雪帐篷、遮阳棚等外部空间设施的结构是否完整、配件是否齐全，使用后应及时整理收纳。

# 设 备

## 一般要求

移动实验室为获得准确的检测数据和结果，根据移动实验室的监测能力和使用目的，依据现行国家城镇供水水质检测相关标准的要求，配置开展检测活动所需的设备。

移动实验室配置的检测设备应具有良好的抗震性，符合现行国家标准《移动实验室仪器设备通用技术规范》 GB/T 29476的规定。

为确保移动实验室设备的功能正常并防止污染或性能退化，应制定设备的使用与管理程序，对其运输、安装、验收/核查、操作、维护、存储、检定或校准、期间核查的要求进行规定。

## 设备配置、档案

一、设备配置

城镇供水水质检测移动实验室的设备包括样品采集、样品检测、辅助检测和标准物质等，具体配置可参考表5-1。

表5-1 城镇供水水质检测移动实验室推荐仪器

| 序号 | 类别 | | 主要设备 | 检测项目 |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 样品采集设备 | | 自动采样器、在线采样系统、样品瓶、直立式采水器 | —— |
| 2 | 标准物质 | | 标准溶液、标准样品、标准菌株、砝码等 | —— |
| 3 | 检测设备 | 感官性状和  物理指标  检测设备 | 便携式水质多参数分析仪、pH计、余氯计、浊度仪、多参数水质在线监测系统等 | 水温、电导率、色度、浑浊度、pH值、总硬度、挥发酚、阴离子合成洗涤剂、溶解性总固体等 |
| 无机非金属  指标检测设备 | 便携式水质多参数分光光度仪、离子色谱仪、便携水质自动分析仪、车载流动注射仪等 | 硫酸盐、氯化物、氟离子、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、硫化物、氰化物等 |
| 金属指标  检测设备 | 车载电感耦合等离子体质谱仪、原子吸收光谱仪、便携式重金属测定仪、便携式测汞仪 | 钠、汞、硒、铬、镉、铅、铁、锰、铝、铍、硼、锑、钡、镍、钴、钼、银、铊等 |
| 有机化合物  检测设备 | 车载/便携吹扫捕集-气相色谱质谱仪（含便携式顶空进样器、吹扫捕集装置） | 挥发性有机物 |
| 车载/便携气相色谱质谱联用仪（含便携式固相萃取装置、固相微萃取装置、液液萃取装置）、液相色谱仪等 | 半挥发性有机物 |
| 综合性指标  检测设备 | 高锰酸盐指数分析仪、生物毒性检测仪、手持式叶绿素（蓝绿藻）测定仪、便携式测油仪 | 高锰酸盐指数、综合毒性、浮游藻类、石油类 |
| 微生物检测设备 | 微生物快速检测仪、显微镜、培养箱 | 总大肠菌群、菌落总数 |
| 4 | 辅助设备 | | 离心机、气体发生器、微波炉、水浴锅、烘箱、电炉、分液漏斗等 | —— |

二、设备档案

移动实验室应建立设备档案。设备档案通常包括下列内容：

1．仪器设备和软件的名称；

2．对设备是否符合规范的核查；

3．接收日期和启用日期；

4．存放位置；

5．制造商名称、型号、序号或其他唯一性标识；

6．制造商使用说明书；

7．接收时的状态（如：全新/已使用/经过改装）；

8．所有检定/校准的日期和结果以及下次检定/校准的预定日期；

9．设备的维护计划及维护记录；

10．设备的任何损坏、故障、改装或修理的历史记录；

11．设备的使用记录。

## 设备的安装、运输与使用

一、设备安装

移动实验室设备安装应充分考虑实验室空间、实验操作便捷性。设备安装完成后，实验室人员进行安装验收，确保设备满足使用要求。

二、设备运输

运输前应对实验室内的设备进行妥善的包装和固定，运输时应随时判断环境和路况条件，以防设备在运输途中出现故障。

氢气等易燃气体应配置气体发生器。采用的气瓶，不得自行运输，应根据相关标准的要求，委托有资质的单位使用专用车辆运输。

三、设备使用

1．操作使用

为保障设备的正确使用，移动实验室设备的使用与保管应由专人负责，编制设备的作业指导书，严格按照仪器说明书、操作规程和或作业指导书的要求操作使用，并填写仪器使用记录。

2．作业指导书

设备的作业指导书通常包括检测设备和辅助设备的操作规程、日常维护方法、期间核查方法和可检测指标的方法细则。

## 设备的检定、校准与核查

为保证移动实验室设备的计量溯源性，应对设备进行检定、校准与核查，使移动实验室设备的量值溯源符合现行国家标准《移动实验室 仪器设备量值溯源与传递指南》 GB/T 33709、《移动实验室 第2部分：能力要求》 等相关标准的规定。

一、 检定、校准与核查要求

移动实验室应制定设备的年度检定/校准与期间核查计划，定期将设备送检。移动实验室的设备检定、校准与核查包括但不限于以下3种情况：

1．移动实验室新购置的设备经安装调试、验收合格后，应及时对设备进行检定或校准。

2．移动实验室到达工作现场后，设备使用前应确认计量溯源的有效性并验证其是否满足检测活动的要求。首先应确认设备外观完好，再进行校准或核查。

3．仪器设备因故障、过载、显示可疑值（经核查实验证明检测结果超差）或其它原因经维修、调整后，设备重新投入使用前应对其重新进行检定或校准。

4．对使用频度较高、数据易漂移、在恶劣环境下使用和经常流动使用的设备，移动实验室应在实施两次检定/校准之间增加核查的频次。

二、期间核查方法

移动实验室设备保管人员应根据设备情况，通过以下任一方法对设备进行期间核查：

1．通过设备的自检或自动校准功能核查；

2．通过检测已知样品核查；

3．使用有证标准物质、质控样品以及其他适宜措施对设备状态进行确认；

4．按期间核查方法核查。

三、 量值溯源结果确认

在设备定期检定/校准后应进行确认，确认其满足检测要求后方可使用。对检定或校准的结果进行确认的内容应包括：

1．检定结果是否合格，是否满足检测方法的要求；

2．校准获得的设备的准确度信息是否满足检测项目、参数的要求，是否有修正信息，仪器是否满足检测方法的要求。

3．当设备经检定/校准产生了一组修正因子或修正值时，应有程序确保修正因子或修正值备份并得到正确更新和使用。

## 设备的维护、维修与存储

一、 设备维护

为保证移动实验室的设备性能满足使用要求，应制定设备的维护计划，进行相应的维护操作，并填写维护记录。

设备的维护可采取自行维护、原厂维保等方式。其中：常规小型仪器设备的维护通常由实验室熟悉维护方法的设备使用人员对其进行维护保养；运维复杂的大型设备由生产厂家定期上门进行维护保养，实验室日常仅需对其进行简单维护。

二、 设备维修

设备出现故障时，应立即停止使用，必要时联系设备生产厂家人员进行维修，以防因故障导致数据不准确，甚至出现其他危险事故。

三、设备存储

在无法持续保证移动实验室的供电和室内环境条件时，便携式设备、标准物质、气瓶等设备，可转移至环境条件符合存储要求的固定处所进行管理。

# 试剂耗材

## 一般要求

为确保移动实验室使用的试剂耗材满足日常运行及应急监测的需求，并避免其对检测质量和移动实验室安全造成不良影响，移动实验室应根据检测方法标准和实际工作需要，合理配置试剂耗材，并建立程序对其验收、贮存、运输和使用进行管理。

移动实验室试剂耗材的配置和管理，应在日常运行和应急监测等实践中总结问题、积累经验，不断优化配置结构，完善管理程序，持续提高移动实验室试剂耗材的保障水平。

一、 分类管理

移动实验室的试剂耗材种类繁杂，应根据性质和用途对其进行分类管理：

1． 根据化学品的管控要求，将其分为易制毒、易制爆、危险和一般化学品。其中，易制毒化学品的管理应符合《易制毒化学品管理条例》（中华人民共和国国务院令第445号）的规定，易制爆化学品的管理应符合《易制爆危险化学品治安管理办法》（中华人民共和国公安部令第154号）的规定，危险化学品的管理应符合《危险化学品安全管理条例》（中华人民共和国国务院令第344号）的规定，其他一般化学品的管理可根据其性质符合相关标准的规定。

2．根据耗材的性质和用途，可分为燃料、采样器皿、检测耗材、设施设备配件、防护用品、生活物资等。

二、 日常管理

1． 移动实验室长期停驻时，试剂耗材应在符合相关规定要求的场所内贮存，并由经培训并通过考核的专人进行管理。

2．试剂耗材管理员应及时清点库存，并对已消耗至基础库存的试剂耗材按照填平补齐的原则进行补充和更新，确保满足使用要求。

## 验收与核查

一、 验收

1．试剂耗材到货时，应对其进行符合性验收，确认数量、规格、型号、生产日期等要素是否与采购需求一致，包装是否完好。

2．应评估对检测工作影响较大的试剂耗材，并通过试验手段对其进行技术验收，确保试剂耗材的品质不会影响检测结果的质量，验收方法包括但不限于仪器调谐、空白试验、加标回收试验、定性/半定性试验等。

二、核查

1．通过验收的试剂耗材在贮存过程中，应根据其有效期进行定期核查，核查的周期不应大于试剂耗材有效期的一半，核查的方法应与验收时一致。

2．执行任务前，应由试剂耗材管理员根据需求对携带的试剂耗材进行清点并交接给执行任务人员。任务结束后，未用完的试剂耗材应交还给试剂耗材管理员。

## 贮存与运输

易制毒化学品的贮存和运输应符合《易制毒化学品管理条例》的规定；易制爆化学品的贮存和运输应符合《易制爆危险化学品治安管理办法》的规定；危险化学品的贮存和运输应符合《危险化学品安全管理条例》的规定。

除特殊规定外，化学品、试剂的贮存和运输应符合现行国家标准《常用化学危险品贮存通则》GB 15603的规定。

试剂耗材在运输中应满足现行国家标准《化学试剂 包装与标签》GB 15346的相关规定，涉及生物安全时还应满足现行国家标准《实验室 生物安全通用要求》GB 19489的相关规定。

移动实验室禁止运输需要特定资质的试剂耗材，需要时可委托具有相关资质单位运输或到目的地进行采购。

## 使用与评价

一、使用

移动实验室应按检测方法标准和检测实施细则要求使用试剂耗材。为提高现场工作效率，在满足检测方法标准和运输要求的前提下，可提前在固定场所进行试剂的配制和固相萃取柱等耗材的前处理工作。

移动实验室应对试剂或配制成的溶液进行充分标识，除包括名称、浓度、配制人、配制日期及有效期等信息外，还应按现行国家标准《化学品安全标签编写规定》GB 15258的相关规定，对溶液的危险性和安全处置措施加以标注。

二、评价

移动实验室应定期或在重大任务后对试剂耗材的供应商进行综合评价，评价的内容包括但不限于供应商的资质、供应产品的质量和价格、提供服务的及时性和范围等，根据评价结果建立并更新合格供应商清单，以保障在应急响应和日常运行时能及时的获取质量有保障的试剂耗材。

# 检测方法

## 方法选择

利用移动实验室开展城镇供水水质检测时，应根据任务目的和要求，选择适宜的检测方法。向社会出具证明作用数据和结果的移动实验室，应取得实验室资质认定评审证书，其选择的检测方法应通过实验室资质认定评审。

一、 方法分类选择

1．常规检测

（1）利用移动实验室开展水质抽查、国家重大活动、日常水质监测等常规检测时，检测方法应优先选用现行国家或行业标准《生活饮用水标准检验方法》 GB5750、《城镇供水水质标准检验方法》CJ/T 141等，并定期对标准进行查新，确保使用标准的有效版本。

（2） 城镇供水水质检测移动实验室也可以选择使用非标准方法，但使用该方法前应进行方法确认，以确保该方法能够满足移动检测的需求。

2．应急监测

（1）对于污染物不明确的城镇供水突发污染事故，首先采用电感耦合等离子质谱法、气相色谱质谱联用法等高通量的方法进行定性分析，尽快确定特征污染物，再进行定量分析。

（2）对于污染物明确的城镇供水突发污染事故，为满足应急监测时效性的要求，现场监测宜选择准确、快速的检测方法，必要时也可采用半定量分析、趋势分析等非标方法。选择非标方法进行应急监测时，检测数据可作为参考数据使用，但在检测报告中应明示。

3 在线监测

利用移动实验室开展水质在线监测时，应依据现行行业标准《城镇供水水质在线监测技术标准》 CJJ/T 271的要求，定期对在线监测分析仪进行校验。校验方法的选择宜优先选择现行国家标准《生活饮用水标准检验方法》 GB/T 5750、《城镇供水水质标准检验方法》CJ/T 141等中的检测方法。

二、 检测实施细则

移动实验室宜将采用的检测方法制定成检测实施细则。检测实施细则中方法文本内应包括适用范围、方法原理、仪器设备、试剂材料、样品、分析步骤、结果计算与处理、质量控制、仪器维护等内容。其中，样品应包括样品采集、保存、预处理，分析步骤包括仪器调谐、校准曲线绘制和样品测定。

## 方法验证与确认

为保证选择的检测方法科学、合理、充分和有效，移动实验室在使用标准检测方法前应进行验证。超出适用范围使用的标准方法、自行扩充和修改过的标准方法及非标方法应进行确认。

一、环境条件要求

移动实验室进行检测方法验证与确认时，应考虑温湿度、路况等不同的环境条件。根据移动实验室服务覆盖范围内的气候条件，分别在冬季和夏季两个不同的季节实施，尽可能涵盖一个年度内主要的温度和湿度范围。行驶路况可根据各地的实际路况实施，一般包括高速公路、一级公路、二级公路、三级公路、四级公路，宜夹杂部分颠簸路段。

三、验证与确认要求

1．依据现行国家标准《化学分析方法验证确认和内部质量控制》GB/T 32475或《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》GB/T 27417的规定，确定移动实验室检测方法验证确认的内容，并对验证确认结果进行评估。

2．移动实验室检测方法验证确认内容包括：选择性、适用范围、检出限和/或定量限、测量范围和/或线性范围、精密度、准确度、移动适应性等方法的特性参数。

3． 进行精密度和准确度测试时，可采用有证标准物质（质控样、标准溶液）、水样比对、水样加标等测试方式。

进行水样比对和水样加标测试时，可根据方法的适用范围和检测目的，采集水源水、出厂水/管网水和二次供水/管网末梢水/用户龙头水等不同类型的水样进行。水样加标时，加标浓度宜选取高、中、低三个浓度水平。加标量为样品含量的0.5～2倍，且加标后的总浓度不应超过方法的测定上限浓度值。

## 方法偏离

当确需偏离标准检测方法时，应对方法偏离的程度做技术判断，对检测结果的准确性予以评估。

移动实验室应将允许偏离的检测方法制定成文件，规定其使用范围。使用时，应主动向委托单位声明并征得其同意。

# 质量控制

## 一般要求

移动实验室的质量保证措施和技术要求应贯穿城镇供水水质检测从样品采集、样品检测到数据处理的全过程。移动实验室选用的质量监控方法应当与所开展的水质检测类型、应用场景和工作量相适应，以保证检测数据和结果的准确性和有效性。移动实验室可采取有证标准物质、人员比对、设备比对、方法比对、加标回收、添加目标微生物、阴/阳性对照、与固定实验室比对、移动实验室之间比对、质量控制图的绘制与应用以及参加外部能力验证活动等手段实施质量控制。

## 样品采集

一、采样要求

1．移动实验室采集的样品应具有代表性，依据相关标准，根据检测类型、工作现场的具体情况、水体的特性，制定采样方案，并对采样过程进行质量控制。

2．移动实验室现场宜采集平行双样，一份供移动实验室现场快速检测，一份送回至固定实验室检测或以备留样复测。

3．移动实验室应配备专业采样器，在应急现场或采样环境条件恶劣时，应优先选择自动采样器或在线采样等方式。

4．移动实验室采集的样品如需加保存剂，应对保存剂的质量进行验收，以确保不对样品检测结果造成不利影响。

5．采样现场应将采样地点、环境条件、人员、样品保存方法、检测项目等予以准确记录。

二、采样方案

采样方案包括采样目的、采样日期、采样地点、环境条件、人员、检测项目、采样方法、样品保存方法、采样容器、采样频次等内容。同时规定留样方式，记录样品编号、采样时间、留样时间、留样数量等内容。其中，环境条件包括天气状况、温湿度、以及地理环境等可能对检测结果有影响的因素。

## 样品检测

一、总体要求

1．移动实验室进行样品检测时，以实验纯水代替样品，进行方法的空白检测，对实验纯水的质量、试剂的纯度、器皿的洁净度、检测设备的性能及环境因素对检测结果的影响进行判定。

2．移动实验室样品预处理和检测所用的试剂耗材应经过验收，以确保不会对样品检测结果造成影响。

3．移动实验室进行样品检测时，若条件允许，每批样品随机抽取至少10%的样品进行平行双样测定。

二、 分类质控要求

移动实验室应根据不同的检测类别，采用适当的质量监控方法，确保检测结果的有效性和准确性。

1．常规检测

利用移动实验室开展水质抽查、国家重大活动、日常水质监测等常规检测，应参照现行国家标准GB/T 5750.3中的要求进行质量控制。

2．应急监测

为保证应急监测数据的准确性，突发污染事故应急期如时间及环境条件有限，在应急现场可采取实际水样加标、有证标准物质等质量监控方法。有条件的情况下与固定实验室进行比对，比对频次每日宜不少于一次。

3．在线监测

依据现行行业标准《城镇供水水质在线监测技术标准》 CJJ/T 271的要求，定期采用有证标准物质进行校验，或与固定实验室对实际水样进行比对。有证标准物质无法获得时，可采用自行配制的标准样品进行校验。

三、质控方法

1．移动实验室应根据不同的检测项目，采用适当的质量监控方法，确保检测数据和结果的有效性和准确性。根据水质指标的分类，可采用与固定实验室进行水样比对、水样加标、有证标准物质等不同的质量控制方法。

2．使用便携式分光光度仪测定氨氮、挥发酚、六价铬等指标时，检测过程中要重点关注设备及配套试剂的稳定性。对于能直接使用的便携式试剂药包，除采购环节对其进行验收外，每次检测均需关注其外观、性状及使用状态。

3．移动实验室生物安全柜及培养箱等设备在使用前要对其性能进行确认。确保检测用设备的正常及灭菌状态。适用时，检测应对培养基及全流程进行空白对照，阳性样品测定。

## 数据处理

一、 测量数据的有效数字

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

2．分析结果的有效数字所能达到的位数不能超过方法最低检测质量的有效位数所能达到的位数。

二、 数值俢约

1．检测数值应依据现行国家标准《数值俢约规则与极限数值的表示和判定》GB/T 8170和《生活饮用水标准检验方法》GB/T 5750.3中8.2的规则进行俢约。

2．在检测数值计算中，当有效数字的位数确定之后，其余数字应按俢约规则一律舍去。

三、 监测结果的表示方法

检测结果的计量单位应采用中华人民共和国法定计量单位。化学监测项目的分析结果用mg/L表示，浓度较低时则以μg/L表示。

# 记 录

## 记录的分类

从内容上分为技术记录和质量记录，技术记录指进行检验检测活动的信息记录，质量记录指检验检测机构管理体系活动中的过程和结果的记录。技术记录一般在车上生成，质量记录可在固定实验室生成。

从介质上分为纸质记录及电子记录。由于空间有限，纸质记录不便于储存，移动实验室宜优先采用电子记录。

## 记录的生成

一、 检测原始记录

1．主要内容

检测原始记录是出具检测报告的依据，是最重要的检测过程记录。为了保证能够复现检测活动的全部过程，原始记录应包括但不限于以下内容：检测的方法依据、使用的仪器设备名称型号及编号、被测样品标识及其状态、环境条件、试验参数、检测观察结果数据及其计算、检测人员和复核人员签字、试验过程中的异常现象记录等。

2．记录规范

纸质检测原始记录填写时应使用黑色钢笔或签字笔，字迹要清晰，不得漏记、补记、追记。如遇原始记录填写错误需要更正时，应采用“杠改”方式。更正人在“杠改”后，于“杠改”记录的上方填写正确的内容并加盖自己的人名章或签署名字。

电子记录应现场生成，标识清晰、方便检索，存入专用的电子文件夹，分类登记编号，文件夹名称应包含必要的内容信息，易于区分与辨认。

原始数据的有效位数应与检测系统的准确度相适应，数据修约应按照现行国家标准《数值修约规定与极限数值的表示和判定》 GB/T 8170规定执行。

3．数据审核

校核人员需逐项校核原始记录，发现不合格项目时，应立即通知检测人员核实数据，必要时安排有关人员复验，直到确认合格后，方可签字并提交审核人员。

在人员不充足的情况下，可进行远程数据审核。校核人员、审核人员可使用带有密钥的电子签章签署姓名，计算机软件系统的签章、验证程序应能够确保电子签名的真实性，并对其流转过程进行跟踪，确保签名后内容不被修改。

二、 检测报告

1．主要内容

检测报告应保证数据和结果的准确、客观、真实、科学、公正，检测单位应及时、清晰、明确地出具检测报告并对检测报告质量进行有效控制。检测报告应包括但不限于以下内容：标题、报告的唯一性编号、每一页与总页数的标识、移动实验室名称及地址、实施移动实验室活动的地点、委托方名称及联系方式、检测方法、检测结果、样品状态、送样及检测日期、报告发布日期、审核人及授权人签字以及其他必要的声明。

2、审核和签发

检测报告在签发前必须进行校对和审核，并实行三级审核。校对主要是对数据转移、计算处理及报告内容差漏进行校对；审核是对报告的完整性、项目的齐全性、依据的正确性以及结论的正确性进行审查。

经审核的检测报告由检测机构负责人或其授权签字人签发，同时应指定专人负责待发检测报告的管理。

三、 其他记录

移动实验室形成的行车轨迹、现场工作的音视频等记录，一般为电子文件。

## 记录存储

一、 纸质记录

纸质记录的存储可参照固定实验室的要求，因移动实验室的特殊性，可在外出执行任务时进行临时存储，并定期进行归档保存。

二、 电子记录

1．存储介质

电子记录应录入可靠介质保存，需传输的数据实时上传信息传输系统，必须定期备份，一式两份。电子记录的存储介质包括移动硬盘、U盘、刻录光盘以及基于现状网络设备的云存储、大数据等网络存储途径。

管理员应对电子记录归档的每套介质进行检验，完全合格方可进行接收。检验的项目如下：

（1）存储介质有无病毒；

（2）核实归档电子文件的完整性、真实性、有效性；

（3）对特殊格式的电子文件，应核实其相关软件、版本、操作手册是否完整。

2．LIMS系统

若车载仪器连入LIMS系统，原始数据和记录可由LIMS自动备份保存，管理员可在局域网络上建立公共文件夹，方便电子记录传输。公共文件夹只能上传，不可修改。

3．电子记录的保管要求

（1）归档介质应作防写处理，避免划、擦记录涂层。

（2）单片介质应装进盒子，避免挤压导致介质损坏。

（3）存放时应远离强热源、强磁场、并与有害气体隔离，必要时配备防磁柜。

三、 有效性保证

纸质记录以及电子记录保留时间不得少于6年，管理员每年对归档的纸质及电子记录进行一次检查并登记，并对电子记录的存储介质进行抽样读取检验。对磁性介质上的电子记录，每年进行一次转存，原介质同时保留时间应不少于3年，其转移过程应形成记录。

## 记录的传输

记录的传输应符合现行国家标准《移动实验室 信息传输系统通用技术规范》GB/T 33711的规定。

## 数据安全

所有纸质及电子记录封存后不应外借，未经管理中心批准不允许擅自复印、复制等。需使用时，使用者对封存的记录使用应在权限规定的范围内。保护措施的实施应能确保记录在存档期限内的完整性及可获得性。

电子记录的生成、存储、传输所依赖的计算机系统的硬件、软件环境应完整、可靠，具备有效的防止出错的监测、核查手段。电子记录应被完整地保存、传输、提取，过程中有防写入的措施，防止人为改动。

信息传输系统应具有对接入的移动实验室用户进行授权、认证和访问控制的功能，并应严格进行权限管理，防止越级接入及无关人员接入，在系统受到非法入侵时有报警及及时关闭功能。

所有存储数据的微机、网盘等均应设置密码，并严格保密不得泄露。信息传输系统进行信息传输时，应采用端到端的加密方式，采用非对称加密协议。严格防止数据的泄露、篡改等，保障数据安全性。

# 环境保护与实验室安全

## 环境保护基本规定

一、 总体要求

移动实验室的环境保护级别与固定实验室一致。在选择停留地点时，需综合考虑极端作业环境因素，具备突发环境应急防护措施，同时实验活动过程应避免对周围水、气、土壤等环境造成污染。

移动实验室应编制环境突发事故、危险废物、安全等的应急预案，并定期开展应急演练。

二、废液

外出工作的移动实验室废液必须进行严格收集，尤其是第一次和第二次沾染试剂的高浓度清洗用水，应作为废液收集，产生的一般污水应排入市政污水管网中。

三、废气

移动实验室内使用的少量有毒有害挥发性试剂、气体等需在通风橱中收集。废气排放应满足现行国家标准《大气污染物综合排放标准》GB16297 的规定。

四、噪声

移动实验室内部噪声应不大于68dB(A)，噪声过大时，可为工作人员配备降噪耳机等防护用具。

## 危险废物管理

一、 化学危废

移动实验室应配置足量的危险废物贮存容器，根据容器材质、危险废物种类和性质，将危险废物分类贮存于合适的容器中，容器上需有明确废物标识，以符合现行国家标准《实验室废弃化学品收集技术规范》 GBT 31190的要求。

二、 生物危废

感染性有害废物应当日消毒，消毒后装入容器。阳性培养基，过期菌种应单独收集，阳性玻片用紫外灯灭活后收集。

感染性有害废物于常温下贮存者，以1天为限；于5℃以下冷藏者，以7天为限；超过7天以上，以-18℃以下冷冻。

三、 放射性危废

放射性有害废物应依材质分类收集在有辐射警示标示的包装袋中；包装或容器上注明有害废物的种类、核种、表面辐射暴露强度、经手人及日期；高剂量放射性有害废物防止处应有适当屏蔽。

四、 危废容器管理

移动实验室内应配置废液防渗漏托盘、消防沙等应急工具，并固定废物的储存器具，避免在移动实验室紧急启动、停止、颠簸时，储存容器具发生翻转。

管理人员定期对移动实验室所贮存的危险废物包装容器及贮存设施进行检查，发现破损，应及时采取措施清理更换。

五、危废处置

实验任务结束后，移动实验室的危险废物不能随意丢弃，应及时送回使用单位，按现行国家标准《危险废物焚烧污染控制标准》 GB18484、《危险废物贮存污染控制标准》 GB18597、《化学品理化及其危险性检测实验室安全要求》 GB/T 24777等的要求委托有资质的单位进行统一处置。其中：

1． 感染性有害废物的处置按《医疗废物集中处置技术规范》（环发[2003]206号）的规定进行。

2．放射性有害废物的处置按《放射性废物安全管理条例》（2011年中华人民共和国国务院令第612号）相关规定进行。

六、危废台账

移动实验室应建立危险化学品、危险废物等的相关记录和台账。

## 安全管理规定

一、上岗培训

移动实验室应编制安全手册及或安全制度，操作人员需经过上岗培训，熟悉实验室应急装备和常规操作，才能进入移动实验室工作。

二、安全标识

1．移动实验室应具有清晰的警示或禁止提示、标识、说明等，包括危险品警示标识、生物危险标识、危险废物标识、气体管路标识、仪器使用说明等。

2．仪器设备应具有防电击的警告标示，对于有紫外辐射或加热器件的仪器设备，应有防紫外辐射和防烫伤危险的警告标识，警告标识的字体及耐久性应符合现行国家标准《测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求》GB 4793.1中5.2和5.3的要求。

三、安全防护

1．进行有毒、有害、有剌激性的操作时应在通风橱内进行，并佩戴手套、口罩和护目镜等安全防护用品。

2．在进行高温、高压操作时，要防止高温、高压烫伤，操作人员要求佩戴高温隔热手套等相应的安全防护用品，操作人员不得离开现场。在使用超低温时，操作人员要佩戴耐低温安全防护用品，防止冻伤。

3．当处理突发事故，需前往非常规采样点采样时，建议采样人员随身配备搜救终端，便于保持联系和随时定位。如采样地点存在对人体有潜在危害的物质，还需配备个人防护工具；在大面积水体上采样时，应穿戴救生衣。

四、生物安全

洁净操作台安装紫外灯进行空气消毒，并对洁净台的环境有监控记录，定期评价消毒效果。使用菌株操作结束，需用0.1%苯扎溴铵溶液消毒台面及培养箱。

五、用电安全

1．用电设备要有防雷装置，凡设备本身要求安全接地的，必须接地。

2．设备应尽可能选用移动实验室已配置的插孔接电，确需使用插线板的，应防止溶液滴入插线板中造成危险，并避免串接插线板的情况。

3．实验结束离开移动实验室时，应关闭仪器设备、照明开关，并关闭车载总电源。

4．发生电器火灾时，首先要切断电源，尽快拉闸断电后再使用灭火器或其他措施灭火。

六、 化学品安全

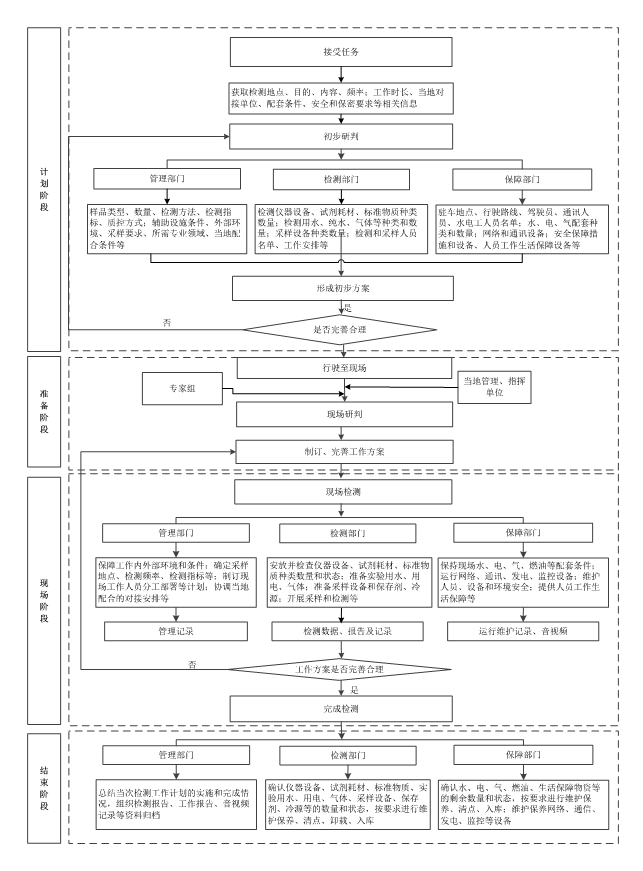
1． 移动实验室使用的化学试剂应根据使用量携带，储存具有腐蚀性、毒性、易燃和不稳定的化学品时，应符合现行国家标准《常用化学危险品贮存通则》GB15603的相关规定。

2．使用易制毒、易制爆等危险化学试剂时，应有按照易制毒、易制爆化学品的管理要求进行领用及收集等相关记录。使用结束后带离移动实验室。

七、 安全管理

移动实验室应有安全管理人员，负责进行实验室水、电、气、门、仪器设备、危险化学品、危险废物等内容的安全检查，发现问题应及时向主管领导报告并及时解决。

# 附录A 城镇供水水质检测移动实验室工作流程

城镇供水水质检测移动实验室工作流程通常可分为计划阶段、准备阶段、现场阶段与结束阶段，见图A-1。具体实施时，工作流程可结合应急预案、检测目的、环境条件等进行相应地调整。相关部门在不同阶段开展工作时应建立信息共享和沟通机制，保证信息及时、畅通地传递。

图A-1 移动实验室工作流程

# 附录B 城镇供水水质检测移动实验室样品采集与保存技术

B.1 采集要求

样品采集参照GB/T 5750.2 的相关规定执行。

B.2 水样保存

B.2.1 处理前保存

采样后根据样品的性质、组成和环境条件来选择适宜的保存方法、保存剂和保存期限，见表B-1。

表B-1 水样处理前的保存方法

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 水质指标 | 采样容器 | 保存方法 | 保存时间 |
| 总α、β放射性 | 塑料 | —— | 5 d |
| 消毒副产物 | 顶空瓶 | 加入0.1g硫代硫酸钠 | 1 d |
| 极性农药 | 棕色玻璃瓶 | 加入0.1g硫代硫酸钠 | 7 d |
| 非极性农药 | 棕色玻璃瓶 | 加入0.1g 抗坏血酸 | 7 d |
| 藻毒素类 | 棕色玻璃瓶 | 加入0.1g硫代硫酸钠或者0.1g 抗坏血酸 | 7 d |

B.2.2 处理后保存

1．范围

本方法采用固相萃取法富集提取生活饮用水及其水源水中化学性质稳定、可不在现场进行检测的一类有机物。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中化学性质稳定、可不在现场进行检测的一类有机物的富集提取。

2．方法原理

采用固相萃取法，参照GB/T 5750.2或者CJ/T 141-2018的相关规定执行。

3．试剂和材料

按照GB/T 5750.2或者CJ/T 141-2018的相关规定执行。

4．仪器和设备

按照GB/T 5750.2或者CJ/T 141-2018的相关规定执行。

5．水样处理

（1）固相萃取柱活化

按照GB/T 5750.2或者CJ/T 141-2018的相关规定执行。

（2）固相萃取柱活化保存温度及时间

将活化后的固相萃取柱用密封袋存放于4℃， 48 h内待用。

（3）样品富集

按照GB/T 5750.2或者CJ/T 141-2018的相关规定执行。

（4） 富集后固相萃取柱活化后的保存温度及时间

将富集后的固相萃取柱用密封袋存放于4℃，72 h内完成淋洗及洗脱。

# 附录C 金属指标的测定 电感耦合等离子体质谱法

C.1 方法说明

本方法规定了测定水中铁、锰、铜、锌、砷、镉、锑、铊、汞的电感耦合等离子体质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中铁、锰、铜、锌、砷、镉、锑、铊、汞的测定。

除了汞之外8种金属的测定可参照HJ 700-2014《水质 65种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》和GB/T 5750.6-2006中的1.5执行，汞的测定参照本标准执行。

本方法汞的方法检出限为0.01μg/L，测定下限为0.04μg/L。

C.2 方法原理和仪器性能要求

C.2.1 方法原理同GB/T 5750.6-2006中的1.5

C.2.2仪器技术指标可按《四级杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范》JJF 1159执行。

C.3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂。

C.3.1 实验用水：电阻率大于18.0 MΩ•cm，其余指标满足GB/T 6682中的一级标准。

C.3.2 硝酸：ρ（HNO3）＝1.42 g/mL，优级纯或优级纯以上。

C.3.3 硝酸溶液：2+98（V/V）。

C.3.4 硝酸溶液：1+1（V/V）。

C.3.5 标准溶液

C.3.5.1 汞标准储备溶液：ρ=1.00 mg/mL。

可用光谱纯金属（纯度大于99.99%）或其他标准物质配制成浓度为1.00 mg/mL 的标准储备溶液，保存介质3%硝酸。也可购买有证标准溶液。

C.3.5.2 汞标准使用溶液：ρ=50 μg/L

用硝酸溶液（C.3.3）稀释汞标准储备溶液（C.3.5.1），配制成浓度为50μg/L汞标准使用溶液；现用现配。

C.3.6 铋内标标准使用溶液：ρ＝30μg/L

可直接购买有证标准溶液，用硝酸溶液（C.3.3）稀释至30μg/L。

C.3.7 质谱仪标准调谐使用液：ρ＝10μg/L

宜选用含有锂、铍、钴、铟、钡、铈、铋和铀元素混合溶液为质谱仪的调谐溶液。可直接购买有证标准溶液，用硝酸溶液（C.3.3）稀释至10g/L。

C.3.8 金标准使用溶液：ρ＝100mg/L

可直接购买有证标准溶液，用硝酸溶液（C.3.3）稀释至100mg/L。

C.3.9 氩气：纯度不低于99.99%。

C.4 仪器和设备

C.4.1 车载电感耦合等离子体质谱仪及其相应的设备。仪器扫描范围：5-250amu，分辨率：10%峰高处所对应的峰宽应优于1 amu。

C.4.2 超纯水机。

C.4.3 过滤装置，配套0.45μm孔径水系微孔滤膜。

C.5 样品预处理

C.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

C.5.2 样品的制备

参照HJ 700-2014《水质 65种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》和GB/T 5750-2006中的1.5执行。

C.6 空白试验

以实验用水代替样品，按照C.5.2步骤制备空白试样。

C.7 分析步骤

C.7.1 开机前仪器连接状态确认

移动检测车到达目的地后，解除内部腔室固定，安装矩管、雾化器、雾化室等易损玻璃部件，确认气路、电源等连接正常后开机。

C.7.2 仪器调谐

点燃等离子体后，预热稳定30分钟。用质谱仪调谐溶液（C.3.7）对仪器的灵敏度、氧化物和双电荷调谐，仪器的低、中、高质量端元素灵敏度、稳定性、氧化物、双电荷、背景噪声满足仪器要求。

C.7.3 校准曲线的绘制

依次配制浓度为 0 μg/L、0.1 μg/L、0.2μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0μg/L的汞标准溶液系列，可根据测量需要调整校准曲线的浓度范围。标准系列基体为2%硝酸（含0.5mg/L 金溶液）。

注1：由于汞溶液易沉积于采样锥或截取锥上，要求进入仪器的汞标准溶液浓度应尽量低，满足测定需求即可。若仪器被污染，应使用含金的溶液清洗。

注2：内标元素标准使用溶液（C.3.6）可直接加入汞标准系列中，也可在样品雾化之前通过蠕动泵自动加入。内标的浓度应远高于样品自身所含内标元素的浓度。

标准系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以溶液浓度为横坐标，样品信号与内标信号的比值为纵坐标建立校准曲线，用线性回归分析方法计算样品含量。

C.7.3 样品测定

C.7.3.1 试样的测定

每个试样测定前，先用硝酸溶液（C.3.3）冲洗系统直到信号降至最低，待分析信号稳定后测定空白试样和实际样品。试样测定时应加入与绘制校准曲线时相同量的内标元素（C.3.6）。

注：试样溶液基体复杂，多原子离子干扰严重时，可通过使用EPA method 200.8中推荐的干扰校正方程进行校正，也可根据仪器厂家推荐的条件，通过碰撞/反应池模式技术进行校正。

C.7.3.2 空白试样的测定

按照与试样相同的测定条件测定空白试样。

C.7.4 结果与表示

C.7.4.1 结果计算

样品中汞元素含量按照下列公式进行计算。



式中：*ρ*——样品中汞元素的浓度，μg/L或mg/L；

*ρ1*——稀释后样品中汞元素的质量浓度，μg/L或mg/L；

*ρ2*——稀释后空白试样中汞元素的质量浓度，μg/L或mg/L；

*f*——稀释倍数。

C.7.4.2 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保持一致，最多保留三位有效数字。

C.8 准确度与精密度

配制浓度为0.2μg/L的纯水加标样品，重复测定6次，相对标准偏差3.4%；配制浓度为1.8μg/L的纯水加标样品，重复测定6次，相对标准偏差2.6%。

分别对地表水和出厂水进行加标，重复测定6次，加标浓度0.05μg/L，地表水加标回收率81.8%~107%，出厂水加标回收率95.9%~112%；加标浓度0.5μg/L，地表水加标回收率87.9%~95.3%，出厂水加标回收率89.5%~97.3%。

C.9 注意事项

C.9.1 实验所用器皿，在使用前须用硝酸溶液（C.3.4）浸泡至少12h后，用去离子水冲洗干净后方可使用。

C.9.2 空白试验：每批次样品应做空白试验，测定结果不能超过方法的检出限。

C.9.3 平行样：平行样测定结果相对偏差应符合GB/T 5750规定。

C.9.4 内标：在每次分析中应监测内标的强度，试样中内标的响应值应介于校准曲线响应值的70%～130%，否则说明仪器发生漂移或有干扰产生，应查找原因后重新分析。如果发现样品中含有内标元素，需要更换内标或提高内标元素浓度。

C.9.5 在连续分析浓度差异较大的样品或标准品时，样品中待测元素易沉积并滞留在真空界面、喷雾腔和雾化器上会导致记忆干扰，可通过延长样品间的洗涤时间来避免这类干扰的发生。

C.10 运行维护

C.10.1仪器维护周期：每次仪器使用前、后对进样系统维护；每6个月对冷却水机维护；每3个月（油液面低于最小值或颜色变黄）对机械泵维护；炬管内部出现结晶时清洗矩管；表面附着物较多时清洗锥。

C.10.2 仪器长期不使用时，应每月至少开机点火运行一次，仪器调谐结果应满足仪器出厂要求。

C.10.3 移动实验室外出使用前，应将ICP-MS及配套设备全部关机，易损玻璃部件（如雾化器、雾化室、矩管等）应拆卸并单独存放，内部腔室固定到位，主机及配套设备全部使用捆扎带固定好后方可移动。

C.10.4 冷却循环水需参照厂家提供的配制方法配制（或采用电阻率15 MΩ以上的蒸馏去离子水）,因循环水机散热较多，开启循环水机后应打开相应部位舱门便于散热，冬季寒冷地区需注意仪器不使用时应将冷却循环水放空，避免内部循环水结冰。

C.10.5 雾化器阻塞时，使用气体挤压喷嘴，冲开阻塞块，也可用3 %-5 %的HNO3溶液反洗雾化器，严禁对雾化器进行超声清洁。

C.10.6 锥口易损坏，擦拭时尤其需要小心，锥口头部不使用砂质物质擦拭，保持边缘锋利规则。

# 附录D 挥发性有机物的测定 吹脱捕集/气相色谱-质谱法

D.1 方法说明

本方法规定了测定水中挥发性有机物的吹脱捕集/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中挥发性有机物的测定。

本方法的方法检出限为三氯甲烷0.001 mg/L，二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷0.0005 mg/L、苯 、甲苯、乙苯、苯乙烯0.0005 mg/L ，四氯乙烯0.001 mg/Lmg/L。本方法检测下限为三氯甲烷0.004 mg/L，二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷、苯、甲苯、乙苯、苯乙烯0.002 mg/L，四氯乙烯0.004 mg/L。

D.2 方法原理

经过吹扫进样-干吹-预解吸过程，GC-MS主机对样品进行分析。通过待测目标化合物保留时间和参考离子强度进行定性，内标法定量。

D.3 试剂和材料

D.3.1 载气：高纯氦，纯度≥99.999%

D.3.2 高纯水：水质满足GA/T 33087的要求。

D.3.3 甲醇：色谱纯级。

D.3.4 内标物：氟苯标准溶液，ρ=10 mg/L。

D.3.5 VOC标准溶液：ρ=1000 mg/L。

D.3.6 VOC标准贮备液：ρ三氯甲烷=40 mg/L、ρ四氯乙烯=40 mg/L，其它7种VOC浓度均为ρ=20 mg/L。

D.3.7 VOC标准使用液：ρ三氯甲烷=4.0 mg/L、ρ四氯乙烯=4.0 mg/L，其它7种VOC浓度均为ρ=2.0 mg/L。

D.4 仪器和设备

D.4.1 车载气相色谱质谱仪。

D.4.2 顶空自动进样器。

D.4.3 毛细管色谱柱：DA-5MS (25m×0.25mm×0.25μm）或其它等效色谱柱。

D.4.4 40 mL样品瓶（配带有聚四氟乙烯硅胶垫和塑料螺旋帽密封），使用前在120 ℃烘烤2 h。

D.4.5容量瓶：10 mL和100 mL。

D.4.6微量注射器：100 μL、500 μL和1000 μL。

D.4.7 移液枪：10 mL。

D.5 试样制备

试样制备参照GB/T 5750.8-2006中的附录A.4执行，采用吹扫捕集前处理方法。分别取20 mL水样至40 mL样品瓶中，加入20 μL内标物（D.3.4）。

D.6 空白试验

用高纯水代替样品，按照与试样制备（D.5）相同步骤制备空白试样

D.7 分析步骤

D.7.1 仪器条件

D.7.1.1 吹扫条件

吸附管温度：28 ℃；十通阀温度：50 ℃，样品池温度：40 ℃。

D.7.1.2 色谱分析条件

进样口温度：130 ℃；色谱柱温度：55 ℃保持1.5 min，以20 ℃/min升至80 ℃，以40 ℃/min升至220 ℃保持2 min；分流比：40:1；柱流量1mL/min。

D.7.1.3 质谱分析条件

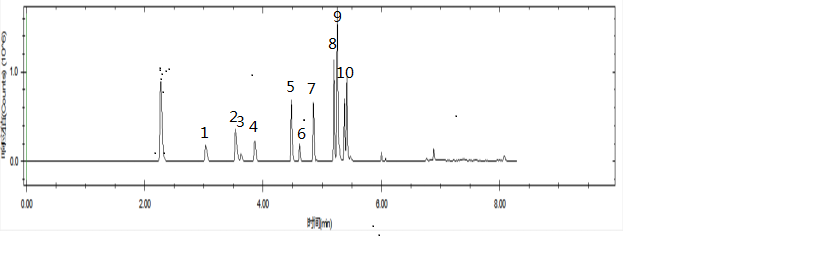
离子阱温度：80 ℃；气质接口温度：150 ℃。

定量方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子参照GB/T 5750.8-2006中的附录A.10.4执行

D.7.2 校准曲线的绘制

依次配制三氯甲烷和四氯乙烯浓度为0.004 mg/L 、0.008 mg/L、0.016 mg/L、0.024 mg/L 、0.032 mg/L、0.040 mg/L，其它7种VOC浓度为0.002 mg/L 、0.004 mg/L、0.008 mg/L、0.012 mg/L 、0.016 mg/L、0.020 mg/L的标准系列，标准系列中分别加入20 μL内标物（D.3.4）。可根据测量需要调整校准曲线的浓度范围。标准系列基体为纯水。

D.7.3 标准样品谱图



说明：1—三氯甲烷、2—苯、3一氟苯、4一二氯一溴甲烷、5—甲苯、6—一氯二溴甲烷、7—甲苯、8—四氯乙烯、9—乙苯、10—三溴甲烷

图 D-1 标准色谱图

D.8 结果计算与表示

D.8.1 定性分析

以样品的保留时间和参考离子强度定性，参考离子允差±50%。

D.8.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积用内标法计算，当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，允许使用参考离子定量。

D.8.3 结果计算

按式（1）进行计算。

*ρi=(Ai/Ais-ai)×ρis/Ai* （1）

式中： *ρi*——样品中VOC的质量浓度，mg/L；

*ρis*——样品中氟苯的质量浓度，mg/L；

*Ai*——样品中VOC定量离子峰面积；

*Ais*——样品中氟苯定量离子峰面积；

*ai*——标准曲线截距；

*Ai*——标准曲线斜率。

D.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留3位有效数字。

D.9 准确度与精密度

1 分别测定加标浓度为0.005 mg/L～0.02 mg/L的地表水样品，加标回收率及相对标准偏差见表D-1。

表D-1 地表水加标样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 物质名称 | 加标浓度0.005 mg/L | | 加标浓度0.01 mg/L | | 加标浓度0.02mg/L | |
| 回收率  % | 精密度  % | 回收率  % | 精密度  % | 回收率  % | 精密度  % |
| 三氯甲烷 | 76.0~90.0 | 9.7 | 81.0~97.0 | 6.5 | 86.0~103 | 6.7 |
| 二氯一溴甲烷 | 88.0~114 | 8.6 | 93.0~108 | 5.2 | 86.5~106 | 7.9 |
| 一氯二溴甲烷 | 78.0~110 | 11 | 85.0~103 | 7.8 | 84.5~110 | 10 |
| 三溴甲烷 | 86.0~110 | 7.8 | 93.0~119 | 9.5 | 82.0~100 | 7.0 |
| 四氯乙烯 | 70.0~96.0 | 10 | 90.0~102 | 5.7 | 82.5~106 | 9.9 |
| 苯 | 74.0~100 | 11 | 94.0~103 | 3.3 | 85.5~102 | 7.6 |
| 甲苯 | 80.0~108 | 9.3 | 90.0~112 | 7.7 | 82.5~98.5 | 9.6 |
| 乙苯 | 90.0~102 | 5.0 | 94.0~114 | 6.8 | 88.5~102 | 8.5 |
| 苯乙烯 | 79.0~108 | 14 | 93.0~114 | 8.8 | 80.0~110 | 12 |

2 分别测定浓度为0.005 mg/L～0.02 mg/L的出厂水样品，加标回收率及相对标准偏差见表D-2。

表D-2 出厂水加标样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 物质名称 | 加标浓度0.005 mg/L | | 加标浓度0.01 mg/L | | 加标浓度0.02mg/L | |
| 回收率  % | 精密度  % | 回收率  % | 精密度  % | 回收率  % | 精密度  % |
| 三氯甲烷 | 98.0~186 | 26 | 80.0~115 | 14 | 88.5~124 | 11 |
| 二氯一溴甲烷 | 88.0~118 | 8.8 | 73.0~114 | 15 | 78.5~110 | 13 |
| 一氯二溴甲烷 | 82.0~120 | 13 | 85.0~119 | 11 | 85.5~119 | 12 |
| 三溴甲烷 | 88.0~122 | 11 | 73.0~107 | 13 | 102~156 | 16 |
| 四氯乙烯 | 80.0~108 | 9.2 | 81.0~110 | 14 | 104~145 | 13 |
| 苯 | 92.5~104 | 11 | 78.0~105 | 13 | 104~127 | 7.5 |
| 甲苯 | 80.0~106 | 9.6 | 73.0~107 | 14 | 104~115 | 4.4 |
| 乙苯 | 90.0~106 | 13 | 78.0~108 | 13 | 108~124 | 5.2 |
| 苯乙烯 | 84.0~110 | 16 | 78.0~108 | 13 | 74~110 | 16 |

D.10 注意事项

D.10.1 空白试验

每批次样品应做空白试验，测定结果不能超过方法的检出限。

D.10.2 校准曲线

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少5个浓度点的校准曲线，曲线的相关系数*r*2应大于0.995。

D.10.3 连续分析浓度较高标准品或基质复杂样品时，可能会有待测物残留在进样口衬管或色谱柱中，可通过序列中添加空白溶剂冲洗系统。空白溶剂冲洗后仍存在残留污染的，可进行进样口高温烘烤、衬管清洗或更换以及色谱柱老化等维护操作。

D.10.4 移动检测设备固定在移动监测车上，受外界温湿度变化影响较大，需严格控制检测环境条件，尽量保持环境温湿度恒定。

D.11 运行维护

参照E.11 运行维护。

吹扫捕集进样器的维护：拧开连接仪器进样口的四个螺母，吹扫进样从进样口移开后点击吹扫面板上开始键，进入维护状态，一般维护2个小时。

# 附录E 马拉硫磷的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法

E.1 方法说明

本方法规定了测定水中马拉硫磷的固相萃取/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中马拉硫磷的测定。

取水样体积1 L，富集倍数为500倍时，方法检出限为2.2 μg/L，检测下限为8.8 μg/L。

E.2 方法原理和仪器性能要求

E.2.1 采用PEP固相萃取柱对水中的马拉硫磷进行浓缩富集，用洗脱液洗脱保留在萃取柱上的目标物，然后用气相色谱质谱仪对固相萃取后的洗脱液进行定性和定量分析。

E.2.2 车载气相色谱质谱仪的技术指标可按《气相色谱-质谱联用仪校准规程》JJF 1164-2018执行。

E.3 试剂和材料

E.3.1 固相萃取柱：PEP（6 mL，200 mg）或其他等效固相萃取柱。

E.3.2 高纯水：水质满足GB/T 33087的要求。

E.3.3 甲醇：色谱纯。

E.3.4 二氯甲烷：色谱纯。

E.3.5 乙酸乙酯：色谱纯。

E.3.6 无水硫酸钠：分析纯。于400 ℃下灼烧4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

E.3.7 标准溶液：马拉硫磷，*ρ*=1000 mg/L，溶剂为甲醇，有证标准物质。

E.3.8 氦气：纯度≥99.999%。

E.3.9 微量注射器：100 μL和1000 μL。

E.3.10 质谱调谐液：全氟三丁胺。

E.4 仪器和设备

E.4.1 车载气相色谱质谱仪。

E.4.2 毛细管色谱柱：DB-5MS（20 m×0.25 mm×0.25 mm）或其它等效色谱柱。

E.4.3 固相萃取装置。

E.5 样品

E.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

E.5.2 试样制备

用5 mL二氯甲烷、5 mL乙酸乙酯、5 mL甲醇及5 mL高纯水活化萃取柱，以5 mL/min~10 mL/min流速富集500 mL水样，富集完成后淋洗色谱柱，氮气吹干。分别用4 mL及2 mL乙酸乙酯以2 mL/min流速洗脱萃取柱。洗脱液氮吹浓缩至近干，用二氯甲烷准确定容至1.0 mL，混匀，备用。若洗脱液中残存有水分，加入无水硫酸钠脱水干燥。

E.6 空白试验

用高纯水（E.3.2）代替样品，按照与试样制备（E.5）相同的步骤制备空白试样。

E.7 分析步骤

E.7.1 开机前仪器连接状态确认

移动检测车到达目的地后，解除仪器固定，确认气路、电源等连接正常后开机。

E.7.2 仪器调谐

仪器开机后进行自检，自检完成后抽真空3~4 h，待真空度稳定且小于100 μTorr后，可进行仪器调谐。先进行仪器RF调谐，RF调谐通过后用质谱仪调谐溶液（E.3.10）对仪器的离子准确度调谐。仪器自动调谐通过后方可正常使用。

E.7.2 色谱条件

进样口温度：220 ℃。

进样量：0.4 μL，不分流进样。

载气流速：1.2 mL/min。

柱温：60 ℃保持1 min，30 ℃/min升至150 ℃保持1 min，20 ℃/min升至240 ℃保持5 min。

E.7.3 质谱条件

离子阱温度：140 ℃。

气质接口温度：230 ℃。

扫描方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子见表E-1。

表E-1 马拉硫磷定量离子及参考离子

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 物质 | CAS号 | 定量离子(m/z) | 参考离子(m/z) |
| 马拉硫磷 | 121-75-5 | 125 | 173 |

E.7.4 校准曲线的绘制

E.7.4.1 本方法使用外标法定量。

E.7.4.2 校准系列的配制

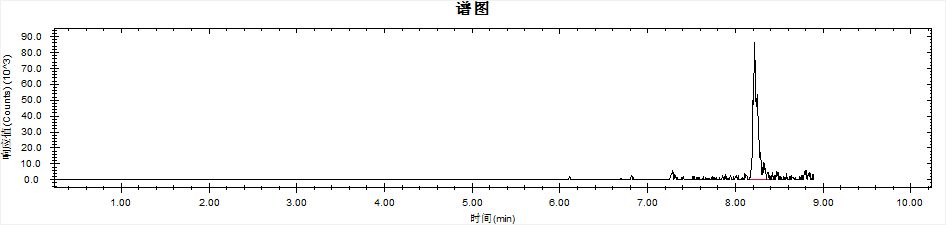
用二氯甲烷（E.3.4）依次配制浓度为5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L的马拉硫磷标准溶液系列。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。标准系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以定量离子色谱峰面积为纵坐标，以质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

E.7.4 试样测定

E.7.4.1 手动进样，进样量为0.4 μL。

E.7.4.2 每个试样测定前，先用有机溶剂冲洗系统，待基线信号稳定后测定样品。

E.7.4.3 马拉硫磷的标准色谱图见图E-1。



图E-1 马拉硫磷标准色谱图

E.7.5 空白试样测定

按照与试样测定（E.7.4）相同的步骤进行空白试样（E.6）的测定。

E.8 结果计算与表示

E.8.1 定性结果

以样品的保留时间和参考离子的相对强度定性。在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在±10％之内，参考离子相对强度允差在±50％以内。

E.8.2 定量结果

根据物质的定量离子（m/z）色谱峰的峰面积进行定量分析。

E.8.3 结果计算

根据物质色谱峰的峰面积从校准曲线上查出浓缩后样品中物质的质量浓度，再计算出水样中物质的质量浓度。水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

*ρi*= （1）



式中：

*ρi*——水样中物质质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

*ρ*0——从校准曲线上查出的试样中物质质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

*Vt*——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

*Vs*——水样体积，单位为毫升（mL）。

E.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

E.9 精密度与准确度

E.9.1 精密度

分别测定了水源水和出厂水马拉硫磷加标样品，加标浓度分别为20 μg/L和40 μg/L。水源水加标测定的相对标准偏差为7.1%~10%，出厂水加标测定的相对标准偏差为8.6%~9.2%。

E.9.2 准确度

分别测定了水源水和出厂水马拉硫磷加标样品，加标浓度分别为20 μg/L和40 μg/L。水源水加标回收率为62.5%~88.5%，出厂水加标回收率为63.0%~99.9%。

E.10 注意事项

E.10.1 空白试验

每批次样品应做空白试验，测定结果不能超过方法的检出限。

E.10.2 校准曲线

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少5个浓度点的校准曲线，曲线的相关系数*r*2应大于0.995。

E.10.3 连续分析浓度较高标准品或基质复杂样品时，可能会有待测物残留在进样口衬管或色谱柱中，可通过序列中添加空白溶剂冲洗系统。空白溶剂冲洗后仍存在残留污染的，可进行进样口高温烘烤、衬管清洗或更换以及色谱柱老化等维护操作。

E.10.4 移动检测设备固定在移动监测车上，受外界温湿度变化影响较大，需严格控制检测环境条件，尽量保持环境温湿度恒定。

移动检测设备体积较小，色谱柱较短，物质流出色谱柱较快，样品检测效率更高，更有助于突发应急样品的快速检测。但由于其体积较小，一般不具有柱温箱，柱温相对波动较大，若仪器无自动进样设备，为保证进样重现性，仪器激活方法后手动进样间隔时间应尽量保持一致，对操作者熟练程度要求相对较高。

E.11 运行维护

E.11.1 仪器维护周期：进样口隔垫建议100次左右进行更换。衬管、色谱柱可根据目标物出峰是否异常以及物质分离度参数判定是否需要更换，灯丝可依据灵敏度，调谐液根据调谐状态进行更换。每批样品完成后建议进行离子肼的烘烤维护。

E.11.2 仪器若短时间内不予使用，可在仪器使用完毕后开启整机维护模式，降低仪器的残留污染。整机维护后仪器进入待机模式，可有效延长灯丝及色谱柱使用寿命。

E.11.3 仪器关机后及时关闭气阀及气体管路。若长期搁置不用重新开机开启气路前，首先应打开气阀，放空2-3 min管路气体冲洗管路，然后再正常开机。

E.11.4 仪器应每月至少开机运行一次，开机后应通过自检，调谐结果应满足仪器出厂要求。

E.11.5 移动实验室外出使用前，应将GC-MS及配套设备全部关机，主机及配套设备全部使用捆扎带固定好后方可移动。到达目的地使用前，应先将外部捆扎带固定解除，确认电源连接正常后再开机运行。

# 附录F 阿特拉津的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法

F.1 方法说明

本方法规定了测定水中阿特拉津的固相萃取/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中阿特拉津的测定。

取水样体积1 L，富集倍数为1000倍时，方法检出限为0.9 μg/L，检测下限为3.6 μg/L。

F.2 方法原理和仪器性能要求

F.2.1 采用HLB固相萃取柱对水中的阿特拉津进行浓缩富集，用洗脱液洗脱保留在萃取柱上的目标物，然后用气相色谱质谱仪对固相萃取后的洗脱液进行定性和定量分析。

F.2.2 车载气相色谱质谱仪的技术指标可按《气相色谱-质谱联用仪校准规程》JJF 1164-2018执行。

F.3 试剂和材料

F.3.1 固相萃取柱：HLB（6 mL，200 mg）或其他等效固相萃取柱。

F.3.2 高纯水：水质满足GB/T 33087的要求。

F.3.3 甲醇：色谱纯。

F.3.4 二氯甲烷：色谱纯。

F.3.5 无水硫酸钠：分析纯。于400 ℃下灼烧4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

F.3.6 标准溶液：阿特拉津，*ρ*=1000 mg/L，溶剂为甲醇，有证标准物质。

F.3.7 氦气：纯度≥99.999%。

F.3.8 微量注射器：100 μL和1000 μL。

F.3.9 质谱调谐液：全氟三丁胺。

F.4 仪器和设备

F.4.1 车载气相色谱质谱仪。

F.4.2 毛细管色谱柱：DB-5MS（20 m×0.25 mm×0.25 mm）或其它等效色谱柱。

F.4.3 固相萃取装置。

F.5 样品

F.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

F.5.2 试样制备

试样制备GB/T5750.8-2006中附录B固相萃取前处理方法。活化有机溶剂为5 mL甲醇，用2 mL二氯甲烷以2 mL/min流速洗脱待测组分，备用。

F.6 空白试验

用高纯水（F.3.2）代替样品，按照与试样制备（F.5）相同的步骤制备空白试样。

F.7 分析步骤

F.7.1 仪器开机及调谐参照E.7.1及E.7.2。

F.7.2 色谱条件

进样口温度：220 ℃。

进样量：0.4 μL，分流比（2：1）。

载气流速：1.2 mL/min。

柱温：60 ℃保持1 min，30 ℃/min升至150 ℃保持1 min，20 ℃/min升至240 ℃保持5 min。

F.7.3 质谱条件

离子阱温度：140 ℃。

气质接口温度：230 ℃。

扫描方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子见表F-1。

表F-1 阿特拉津定量离子及参考离子

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测组分 | CAS号 | 定量离子(m/z) | 参考离子(m/z) |
| 阿特拉津 | 1912-24-9 | 200 | 215 |

F.7.4 校准曲线的绘制

F.7.4.1 本方法使用外标法定量。

F.7.4.2 校准系列的配制

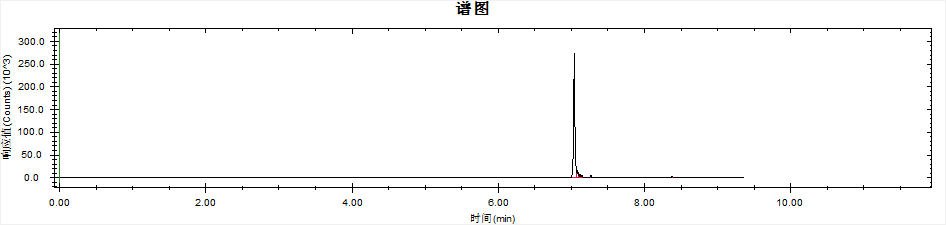
用二氯甲烷（F.3.4）依次配制浓度为5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L的阿特拉津标准溶液系列。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。标准系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以定量离子色谱峰面积为纵坐标，以质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

F.7.4 试样测定

F.7.4.1 手动进样，进样量为0.4 μL。

F.7.4.2 每个试样测定前，先用有机溶剂冲洗系统，待基线信号稳定后测定样品。

F.7.4.3 阿特拉津的标准色谱图见图F-1。



图F-1 阿特拉津标准色谱图

F.7.5 空白试样测定

按照与试样测定（F.5.4）相同的步骤进行空白试样（F.6）的测定。

F.8 结果计算与表示

F.8.1 定性结果

以样品的保留时间和参考离子的相对强度定性。在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在±10％之内，参考离子相对强度允差在±50％以内。

F.8.2 定量结果

根据物质的定量离子（m/z）色谱峰的峰面积进行定量分析。

F.8.3 结果计算

根据物质色谱峰的峰面积从校准曲线上查出浓缩后样品中物质的质量浓度，再计算出水样中物质的质量浓度。水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

*ρi*= （1）



式中：

*ρi*——水样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*0——从校准曲线上查出的试样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*Vt*——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

*Vs*——水样体积，单位为毫升（mL）。

F.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

F.9 精密度与准确度

F.9.1 精密度

分别测定了水源水和出厂水阿特拉津加标样品，加标浓度分别为10 μg/L及20 μg/L。水源水加标测定的相对标准偏差为8.9%~13%，出厂水加标测定的相对标准偏差为8.3%~9.5%。

F.9.2 准确度

分别测定了水源水和出厂水阿特拉津加标样品，加标浓度分别为10 μg/L及20 μg/L。水源水加标回收率为67.2%~104%，出厂水加标回收率为72.4%~116%。

F.10 注意事项

参照E.10。

F.11 运行维护

参照E.11。

# 附录G 致嗅物质的测定 固相（微）萃取/气相色谱-质谱法

G.1 固相萃取/气相色谱-质谱法

G.1.1 方法说明

本方法规定了测定水中2-甲基异莰醇和土臭素的固相萃取/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中2-甲基异莰醇和土臭素的测定。

取水样体积1 L，富集倍数为500倍时，2-甲基异莰醇和土臭素方法检出限为0.05 μg/L，检测下限为0.2 μg/L。

G.1.2 方法原理和仪器性能要求

G.1.2.1 本方法采用HLB固相萃取柱对水中的2-甲基异莰醇和土臭素进行浓缩富集，用洗脱液洗脱保留在萃取柱上的目标物，然后用气相色谱质谱仪对固相萃取后的洗脱液进行定性和定量分析。

G.1.2.2 车载气相色谱质谱仪的技术指标可按《气相色谱-质谱联用仪校准规程》JJF 1164-2018执行。

G.1.3 试剂和材料

G.1.3.1 固相萃取柱：HLB（6 mL，200 mg）或其他等效固相萃取柱。

G.1.3.2 高纯水：水质满足GB/T 33087的要求。

G.1.3.3 甲醇：色谱纯。

G.1.3.4 二氯甲烷：色谱纯。

G.1.3.5 无水硫酸钠：分析纯。于400 ℃下灼烧4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

G.1.3.6 标准溶液：致嗅物质，*ρ*=100 mg/L，溶剂为甲醇，有证标准物质。

G.1.3.7 标准使用液：*ρ*=10 mg/L

移取100 µL标准溶液（G.1.3.6），用甲醇定容至1.0 mL。4 ℃以下冷藏避光保存。

G.1.3.8 氦气：纯度≥99.999%。

G.1.3.9 微量注射器：100 μL和1000 μL。

G.1.3.10 质谱调谐液：全氟三丁胺。

G.1.4 仪器和设备

G.1.4.1 车载气相色谱质谱仪。

G.1.4.2 毛细管色谱柱：DA-5MS（20 m×0.25 mm×0.25 mm）或其它等效色谱柱。

G.1.4.3 固相萃取装置。

G.1.5 样品

G.1.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

G.1.5.2 试样制备

用5 mL 甲醇及5 mL高纯水活化萃取柱，以5 mL/min~10 mL/min流速富集1000 mL水样，富集完成后淋洗色谱柱，氮气吹干。 用 2 mL二氯甲烷以2 mL/min流速洗脱萃取柱，洗脱液氮吹浓缩至1.0 mL，混匀，备用。若洗脱液中残存有水分，加入无水硫酸钠脱水干燥。

G.1.6 空白试验

用高纯水代替样品，按照与试样制备相同的步骤制备空白试样。

G.1.7 分析步骤

G.1.7.1 仪器开机及调谐参照E.7.1及E.7.2。

G.1.7.2 色谱条件

进样口温度：200 ℃。

进样量：0.4 μL，分流比（2：1）。

载气流速：1.2 mL/min。

柱温：60 ℃保持1 min，25 ℃/min升至160 ℃，15 ℃/min升至210 ℃保持1 min。

G.1.7.3 质谱条件

离子阱温度：120 ℃。

气质接口温度：230 ℃。

扫描方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子见表G-1。

表G-1 致嗅物质定量离子及参考离子

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测组分 | CAS号 | 定量离子(m/z) | 参考离子(m/z) |
| 2-甲基异莰醇 | 2371-42-8 | 95 | 108 |
| 土臭素 | 19700-21-1 | 112 | 126 |

G.1.7.4 校准曲线的绘制

G.1.7.4.1 本方法使用外标法定量。

G.1.7.4.2 校准系列的配制

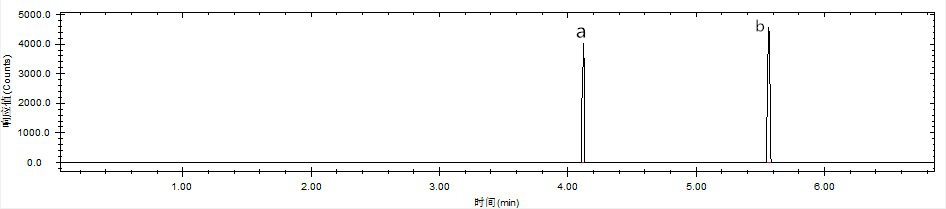
用二氯甲烷（G.1.3.4）依次配制浓度为：0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L的致嗅物质标准溶液系列。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。标准系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以定量离子色谱峰面积为纵坐标，以质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

G.1.7.4 试样测定

G.1.7.4.1 手动进样，进样量为0.4 μL。

G.1.7.4.2 每个试样测定前，先用有机溶剂冲洗系统，待基线信号稳定后测定样品。

G.1.7.4.3 致嗅物质的标准色谱图见图G-1。



图中化合物按保留时间排列依次为：a-2-甲基异莰醇；b-土臭素

图G-1 致嗅物质标准色谱图

G.1.7.5 空白试样测定

按照与试样测定（G.1.7.4）相同的步骤进行空白试样的测定。

G.1.8 结果计算与表示

G.1.8.1 定性结果

以样品的保留时间和参考离子的相对强度定性。在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在±10％之内，参考离子相对强度允差在±60％以内。

G.1.8.2 定量结果

根据物质的定量离子（m/z）色谱峰的峰面积进行定量分析。

G.1.8.3 结果计算

根据物质色谱峰的峰面积从校准曲线上查出浓缩后样品中物质的质量浓度，再计算出水样中物质的质量浓度。水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

*ρi*= （1）



式中：

*ρi*——水样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*0——从校准曲线上查出的试样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*Vt*——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

*Vs*——水样体积，单位为毫升（mL）。

G.1.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留3位有效数字。

G.1.9 精密度与准确度

G.1.9.1 精密度

分别测定了水源水和出厂水致嗅物质加标样品，加标浓度分别为0.4 μg/L及0.8 μg/L。水源水2-甲基异莰醇的相对标准偏差为13%~16%，土臭素的相对标准偏差为7.7%~11%。出厂水2-甲基异莰醇的相对标准偏差为6.8%~13%，土臭素的相对标准偏差为8.8%~9.0%。

G.1.9.2 准确度

分别测定了水源水和出厂水致嗅物质加标样品，加标浓度分别为0.4 μg/L及0.8 μg/L。水源水2-甲基异莰醇的回收率为61.0%~115%，土臭素的回收率为60.5%~104%。出厂水2-甲基异莰醇的回收率为76.0%~124%，土臭素的回收率为58.2%~122%。

G.1.10 注意事项

参照E.10。

G.1.11 运行维护

参照E.11。

G.2 固相微萃取/气相色谱-质谱法

G.2.1 方法说明

本方法规定了测定水中2-甲基异莰醇和土臭素的固相微萃取/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中2-甲基异莰醇和土臭素的测定。

G.2.2 方法原理和仪器性能要求

G.2.2.1 利用固相微萃取纤维吸附样品中的土臭素和2-甲基异莰醇,富集后用气相色谱-质谱联用仪分离测定。

G.2.2.2 车载气相色谱质谱仪的技术指标可按《气相色谱-质谱联用仪校准规程》JJF 1164-2018执行。

G.2.3 试剂和材料

G.2.3.1氯化钠(NaCl):优级纯，经450℃烘烤2h后置干燥器内备用。

G.2.3.2 高纯水：色谱检验无干扰成分。

G.2.3.3 甲醇：色谱纯。

G.2.3.4 针筒式滤膜过滤器

G.2.3.5色谱标准物:土臭素、2-甲基异莰醇均为有证标准溶液。

G.2.4 仪器和设备

G.2.4.1 车载气相色谱质谱仪。

G2.4.2色谱柱：HP-5(30 m×0.25 mm×0.25um)弹性石英毛细管柱,DB-5(60 m×0.25 mm×1 um) 弹性石英毛细管柱,或者同等极性的毛细管色谐柱。

G.2.4.3固相微萃取采样台及固相微萃取专用衬管(78.5 mm×6.3 mm×0.75 mm).。

G.2.4.4 固相微萃取纤维:DVB/CAR/PDMS纤维,或同级品。第一次使用前,应先置于进样口老化萃取纤维。老化温度为230 ℃~270℃,老化时间为1 h,或者参考厂商建议的温度与时间。

G.2.5 样品

G.2.5.1 样品的采集

样品采集使用具有聚四氟乙烯瓶垫的棕色玻璃瓶。采样时,取水至满瓶,瓶中不可有气泡。采集后24h内完成测试。

G.2.5.2 试样制备

测定天然水样的土臭素和2-甲基异莰醇时，需经0.45um滤膜过滤。

G.2.6 空白试验

用高纯水代替样品，按照与试样制备相同的步骤制备空白试样。

G.2.7 分析步骤

G.2.7.1 固相微萃取条件：萃取前平衡时间10min，加热温度60℃，抽拉速度500uL/S,进样针温度65℃。

G.2.7.2 色谱条件

进样口温度：230 ℃。

进样量：1.0 μL，分流比：不分流。

载气流速：1.2 mL/min。

柱温：起始60 ℃，5℃/min升至150 ℃，40 ℃/min升至260℃保持2 min。

G.2.7.3 质谱条件

离子阱温度：120 ℃。

气质接口温度：200 ℃。

扫描方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子见表G-2。

表G-2 致嗅物质定量离子及参考离子

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测组分 | CAS号 | 定量离子(m/z) | 参考离子(m/z) |
| 2-甲基异莰醇 | 2371-42-8 | 95 | 108 |
| 土臭素 | 19700-21-1 | 112 | 126 |

G.2.7.4 校准曲线的绘制

G.2.7.4.1 本方法使用外标法定量。

G.2.7.4.2 校准系列的配制

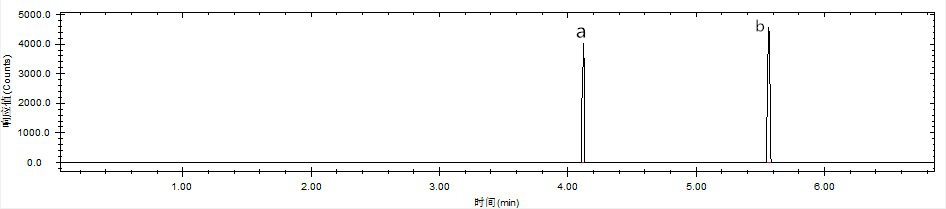
用纯水稀释土臭素和2-甲基异莰醇标准液并配制浓度5.00、10.0、20.0、50.0、100、150ng/L的标准系列,小到大的顺序,使用车备固相微萃取设备依次上机测定,以浓度为横坐标、定量离子峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

G.2.7.4 试样测定

G.2.7.4.1 直接进样。

G.2.7.4.2 每个试样测定前，先用有机溶剂冲洗系统，待基线信号稳定后测定样品。

G.2.7.4.3 致嗅物质的标准色谱图见图G-2。



图中化合物按保留时间排列依次为：a-2-甲基异莰醇；b-土臭素

图G-2 致嗅物质标准色谱图

G.2.7.5 空白试样测定

按照与试样测定相同的步骤进行空白试样的测定。

G.2.8 结果计算与表示

G.2.8.1 定性结果

以样品的保留时间和参考离子的相对强度定性。在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在±10％之内，参考离子相对强度允差在±60％以内。

G.2.8.2 定量结果

根据物质的定量离子（m/z）色谱峰的峰面积进行定量分析。

G.2.8.3 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

G.2.9 精密度与准确度

G.2.9.1 精密度

分别测定了初始固定条件下水源水和移动100KM～200KM后水源水致嗅物质加标样品，加标浓度分别为20 ng/L及100ng/L。初始固定条件下水源水2-甲基异莰醇的相对标准偏差为4.5%~5.0%，土臭素的相对标准偏差为5.7%~8.6%。移动1100KM～200KM后2-甲基异莰醇的相对标准偏差为3.9%~4.1%，土臭素的相对标准偏差为6.1%~10.0%。

G.2.9.2 准确度

分别测定了初始固定条件下水源水和移动100KM～200KM后水源水致嗅物质加标样品，加标浓度分别为20 ng/L及100ng/L。初始固定条件下水源水2-甲基异莰醇的回收率为91.7%~107%，土臭素的回收率为90.2%~111%。100KM～200KM后水源水2-甲基异莰醇的回收率为92.6%~107.7%，土臭素的回收率为92.7%~116%。

G.2.10 注意事项

参照E.10。

G.2.11 运行维护

参照E.11。

# 附录H 林丹的测定 固相萃取/气相色谱-质谱法

H.1 方法说明

本方法规定了测定水中林丹的固相萃取/气相色谱-质谱法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中林丹的测定。

取水样体积1 L，富集倍数为1000倍时，方法检出限为0.11 μg/L，检测下限为0.44 μg/L。

H.2 方法原理和仪器性能要求

H.2.1 采用C18固相萃取柱对水中的林丹进行浓缩富集，用洗脱液洗脱保留在萃取柱上的目标物，然后用气相色谱质谱仪对固相萃取后的洗脱液进行定性和定量分析。

H.2.2 车载气相色谱质谱仪的技术指标可按《气相色谱-质谱联用仪校准规程》JJF 1164-2018执行。

H.3 试剂和材料

H.3.1 固相萃取柱：C18（6 mL，200 mg）或其他等效固相萃取柱。

H.3.2 高纯水：水质满足GA/T 33087的要求。

H.3.3 甲醇：色谱纯。

H.3.4 正己烷：色谱纯。

H.3.5 二氯甲烷：色谱纯。

H.3.6 无水硫酸钠：分析纯。于400 ℃下灼烧4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

H.3.7 标准溶液：林丹，*ρ*=1000 mg/L，溶剂为正己烷，有证标准物质。

H.3.8 标准使用液：*ρ*=100 mg/L

移取100 μL的林丹标准溶液（H.3.7），用正己烷定容至1.0 mL。4 ℃以下冷藏避光保存。

H.3.9 氦气：纯度≥99.999%。

H.3.10 微量注射器：100 μL和1000 μL。

H.3.11 质谱调谐液：全氟三丁胺。

H.4 仪器和设备

H.4.1 车载气相色谱质谱仪。

H.4.2 毛细管色谱柱：DB-5MS（20 m×0.25 mm×0.25 mm）或其它等效色谱柱。

H.4.3 固相萃取装置。

H.5 样品

H.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

H.5.2 试样制备

试样制备GB/T5750.8-2006中附录B固相萃取前处理方法。活化有机溶剂为5 mL二氯甲烷及5 mL甲醇，用5 mL二氯甲烷以2 mL/min流速洗脱，洗脱液氮吹浓缩至近干，用正己烷准确定容至1 mL，混匀，备用。

H.6 空白试验

用高纯水（H.3.2）代替样品，按照与试样制备（H.5）相同的步骤制备空白试样。

H.7 分析步骤

H.7.1 仪器开机及调谐参照E.7.1及E.7.2。

H.7.2 色谱条件

进样口温度：220 ℃。

进样量：0.4 μL，分流比（2：1）。

载气流速：1.2 mL/min。

柱温：60 ℃保持1 min，30 ℃/min升至150 ℃保持1 min，20 ℃/min升至240 ℃保持5 min。

H.7.3 质谱条件

离子阱温度：140 ℃。

气质接口温度：230 ℃。

扫描方式：选择离子扫描（SIM），定量离子及参考离子见表H-1。

表H-1 林丹定量离子及参考离子

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测组分 | CAS号 | 定量离子(m/z) | 参考离子(m/z) |
| 林丹 | 78-89-9 | 181 | 219 |

H.7.4 校准曲线的绘制

H.7.4.1 本方法使用外标法定量。

H.7.4.2 校准系列的配制

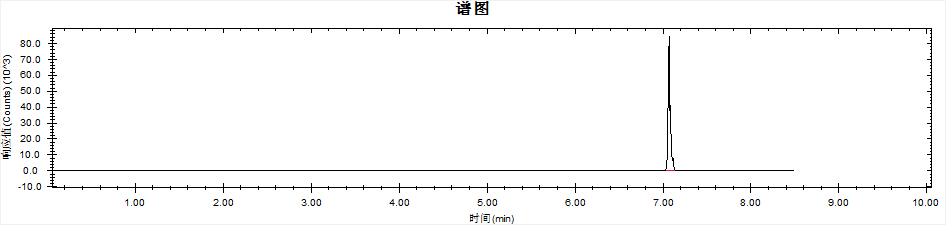
用正己烷（H.3.4）依次配制浓度为0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L的林丹标准溶液系列。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。标准系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以定量离子色谱峰面积为纵坐标，以质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

H.7.4 试样测定

H.7.4.1 手动进样，进样量为0.4 μL。

H.7.4.2 每个试样测定前，先用有机溶剂冲洗系统，待基线信号稳定后测定样品。。

H.7.4.3 林丹的标准色谱图见图H-1。



图H-1 林丹标准色谱图

H.7.5 空白试样测定

按照与试样测定（H.7.4）相同的步骤进行空白试样（H.6）的测定。

H.8 结果计算与表示

H.8.1 定性结果

以样品的保留时间和参考离子的相对强度定性。在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间与标准溶液的保留时间偏差在±10％之内，参考离子相对强度允差在±50％以内。

H.8.2 定量结果

根据物质的定量离子（m/z）色谱峰的峰面积进行定量分析。

H.8.3 结果计算

根据物质色谱峰的峰面积从校准曲线上查出浓缩后样品中物质的质量浓度，再计算出水样中物质的质量浓度。水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

*ρi*= （1）



式中：

*ρi*——水样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*0——从校准曲线上查出的试样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*Vt*——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

*Vs*——水样体积，单位为毫升（mL）。

H.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

H.9 精密度与准确度

H.9.1 精密度

分别测定了水源水和出厂水林丹加标样品，加标浓度分别为2 μg/L及4 μg/L。水源水林丹的相对标准偏差为14%~16%，出厂水的相对标准偏差为9.2%~12%。

H.9.2 准确度

分别测定了水源水和出厂水林丹加标样品，加标浓度分别为2 μg/L及4 μg/L。水源水林丹的回收率为28.0%~50.2%，出厂水的回收率为42.2%~71.8%。

H.10 注意事项

参照E.10。

H.11 运行维护

参照E.11。

# 

# 附录I 2,4-滴、灭草松的测定 固相萃取/液相色谱法

I.1 方法说明

本方法适用于固相萃取/液相色谱法测定水中2,4-滴、灭草松。

若取水样体积为1 L，富集倍数为1000倍时，则灭草松的方法检出限为

2.5×10-5 mg/L，测定下限为0.0001 mg/L，2,4-滴的方法检出限为0.00024 mg/L,测定下限为0.001 mg/L。

I.2 方法原理和仪器性能要求

I.2.1 采用HLB固相萃取柱对水样中的灭草松、2,4-滴进行吸附，四氢呋喃洗脱保留在萃取柱上的目标物，用具有紫外检测器液相色谱仪进行定性分析和定量分析。

I.2.2 车载液相色谱仪性能需满足5.1.2要求。

I.3 试剂和材料

I.3.1 固相萃取柱：HLB（6 mL，200 mg）或其他等效固相萃取柱。

I.3.2 高纯水：水质满足GB/T 33087的要求。

I.3.3 甲醇：色谱纯。

I.3.4 四氢呋喃：色谱纯。

I.3.5 冰乙酸：色谱纯。

I.3.6 抗坏血酸：分析纯。

I.3.7 有证标准物质：ρ2,4-滴=1000 mg/L；ρ灭草松=1000 mg/L。

I.3.8 标准使用液：混合标准使用液，ρ2,4-滴=100mg/L，ρ灭草松=10 mg/L。

I.3.9 微量注射器：100 μL和1000 μL。

I.4 仪器和设备

I.4.1 车载高效液相色谱仪：配紫外检测器。

I.4.2 液相色谱柱：C18色谱柱（5 μm，4.6 ×250 mm），或其他等效色谱柱。

I.4.3 固相萃取装置。

I.4.4 超声波清洗器。

I.5 样品

I.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

I.5.2 试样制备

I.5.2.1 活化：依次用5 mL甲醇、5 mL四氢呋喃和5 mL纯水以10 mL/min流速活化固相萃取柱。

I.5.2.2 样品富集：取1000 mL水样，加入0.5 mol/L的硫酸调节pH<2，以

10 mL/min流速通过活化的固相萃取柱，进行富集。水样浑浊时，应使用过滤装置过滤后再进行富集。若水样中目标物浓度较高时，可以根据实际情况减少富集体积。

I.5.2.3 洗脱：用10 mL纯水以10 mL/min流速淋洗固相萃取柱，氮气吹干固相萃取柱，用2mL四氢呋喃以2 mL/min的流速洗脱吸附于固相萃取柱上的目标物，经氮气吹至近干后用甲醇定容至1 mL，待测。

I.6 空白试验

用高纯水（I.3.2）代替样品，按照与试样制备（I.5.2）相同的步骤制备空白试样。

I.7 分析步骤

I.7.1 开机前仪器状态确认

移动检测车到达目的地后，确认流路、电源等连接正常后开机，按I.5.3.1要求进行验证后开展样品检测。

I.7.2 参考色谱条件

I.7.2.1 流动相：甲醇（含1%乙酸）:水（含1%乙酸）=70:30。

I.7.2.2 洗脱条件：等度洗脱，流速为1.0 mL/min。

I.7.2.3 柱温箱温度：40 ℃。

I.7.2.4 进样量：10 μL。

I.7.2.5 紫外检测波长：灭草松，254 nm，2,4-滴，272 nm。

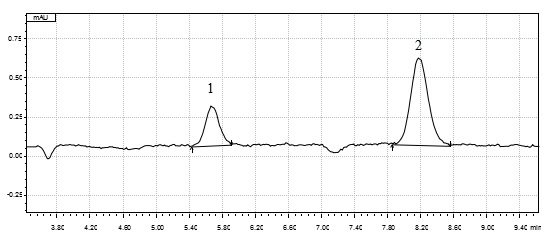
I.7.3 校准曲线的绘制

依次配制浓度为0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L的灭草松和浓度为1 mg/L、2 mg/L、4 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L的2,4-滴混合标准溶液系列，甲醇（I.3.3）定容。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。根据给定的色谱条件，按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

I.7.5 样品测定

I.7.5.1 进样：按照参考色谱条件，依次手动进样或自动进样器进样；进样量为10 μL。

I.7.5.2 色谱图：灭草松、2,4-滴的标准色谱图见图I-1。



说明：1**—**灭草松、2**—**2,4-滴

图I-1 灭草松、2,4-滴标准色谱图

I.7.6 空白样品测定

按照与样品测定（I.7.5）相同的步骤进行空白试样（I.6）的测定。

I.8 结果计算与表示

I.8.1 定性结果

以样品的保留时间定性。各组分的保留时间为：灭草松，5.65min；2,4-滴，8.18min。

I.8.2 定量结果

本标准使用外标法进行定量，根据物质的色谱峰的峰面积进行定量分析。

I.8.3 结果计算

水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

*ρi*= （1）

式中：

*ρi*——水样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*0——从校准曲线上查出的试样中物质质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*Vt*——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

*Vs*——水样体积，单位为毫升（mL）。

I.8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

I.9 精密度与准确度

在丰水期和枯水期对移动车的移动前、移动后的出厂水的灭草松、2,4-滴的加标样品进行了测定，计算相对标准偏差和加标回收率，结果见表I-1。

表I-1 精密度及准确度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时间 | 项目 | 加标浓度（mg/L） | 精密度（%） | | 准确度（%） | |
| 移动前 | 移动后 | 移动前 | 移动后 |
| 丰水期 | 灭草松 | 0.15 | 7.4 | 5.5 | 91.9~113 | 100~113 |
| 0.60 | 8.2 | 9.5 | 87.7~109 | 95.4~123 |
| 2,4-滴 | 0.015 | 3.9 | 6.5 | 100~113 | 96.3~107 |
| 0.060 | 6.5 | 1.7 | 96.8~105 | 100~104 |
| 枯水期 | 灭草松 | 0.15 | 5.8 | 17 | 86.7~100 | 80.0~120 |
| 0.60 | 4.3 | 9.2 | 96.7~108 | 93.3~118 |
| 2,4-滴 | 0.015 | 7.5 | 10 | 100~120 | 80.0~107 |
| 0.060 | 4.2 | 3.5 | 100~111 | 93.3~103 |

I.10 注意事项

I.10.1 空白试验

每批次样品应做空白试验，测定结果不能超过方法的检出限。

I.10.2 校准曲线

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少6个浓度点的校准曲线，曲线的相关系数r2应大于0.995。

I.11 运行维护

I.11.1 移动前应确认流动相瓶及废液瓶放置位置安全、稳定。

I.11.2 移动检测车到达目的地后，检查车载液相色谱仪的管路，防止因管路接头因震动而发生松动，造成运行过程中发生漏液情况；实验前要对使用的流动相进行超声，除去流动相中气泡。

I.11.3 长时间不使用仪器时，应将流动相单向阀置于纯甲醇浸泡；应使用甲醇充满液相色谱柱，拆下后封堵色谱柱两端，妥善保存。

I.11.4 至少保证车载液相色谱仪的维护每月一次，执行任务前后对液相色谱仪进行维护，保障仪器正常运行。

# 附录J 亚氯酸盐、氯酸盐的测定 离子色谱法

J.1 方法说明

本方法适用于离子色谱法测定水中的亚氯酸盐、氯酸盐的。

若取水样体积 200 μL，则亚氯酸盐方法检出限为0.11 μg/L，测定下限为0.44 μg/L；氯酸盐方法检出限为0.12 μg/L，测定下限为0.48 μg/L。

J.2 方法原理和仪器性能要求

J.2.1 亚氯酸盐、氯酸盐和其他阴离子随氢氧化钾（或氢氧化钠）淋洗液进入阴离子交换分离系统，根据分离柱对各离子的亲和力不同进行分离，经电导检测器得到其色谱峰。保留时间定性，峰面积定量。

J.2.2 车载离子色谱仪的技术指标可按《离子色谱仪检定规程》JJF 823-2014执行。

J.3 试剂和材料

J.3.1 高纯水：水质满足GB/T 33087的要求。

J.3.2 标准溶液：亚氯酸盐，ρ=1000 mg/L；氯酸盐，ρ=1000 mg/L，有证标准物质。

J.3.3 标准使用液：ρ=100 mg/L

用高纯水（J.3.1）定容。4 ℃以下冷藏避光保存。

J.3.4 乙二胺溶液：取2.8 mL乙二胺稀释到25 mL，置4℃冰箱备用，可用一个月。

J.3.5 样品过滤器：水系尼龙材质，滤膜孔径 0.45μm。

J.3.6 容量瓶：100mL。

J.3.7 采样瓶：500mL棕色玻璃瓶或者塑料瓶。

J.4 仪器和设备

J.4.1 车载离子色谱仪：配氢氧化钾（或氢氧化钠）在线发生器。

J.4.2 离子色谱柱：SL-AC-11或其它等效色谱柱。

J.5 样品

J.5.1 样品的采集

将采样瓶洗涤干净，并用纯水冲洗，晾干备用。用采样瓶采集水样，加入0.25mL乙二胺溶液，密封，摇匀，置4℃冰箱。采集后当天测定。

J.5.2 试样制备

水样经0.45μm滤膜样品过滤器过滤，将预处理后的水样直接进样。

J.6 空白试验

用高纯水（J.3.1）代替样品，按照与试样制备（J.5）相同的步骤制备空白试样。

J.7 分析步骤

J.7.1 仪器开机开机前仪器连接状态确认

移动检测车到达目的地后，解除仪器固定，，确认设备外观完好，确认电源、废液等连接正常后开机，按5.3.1要求进行验证后开展样品检测

J.7.2 参考仪器条件

淋洗液流速：1.0 mL/min；抑制器电流：120 mA；进样体积：200 μL；柱温箱温度：30 ℃；电导池温度：30 ℃。

淋洗液梯度程序见表J-1

表J-1 淋洗液梯度程序

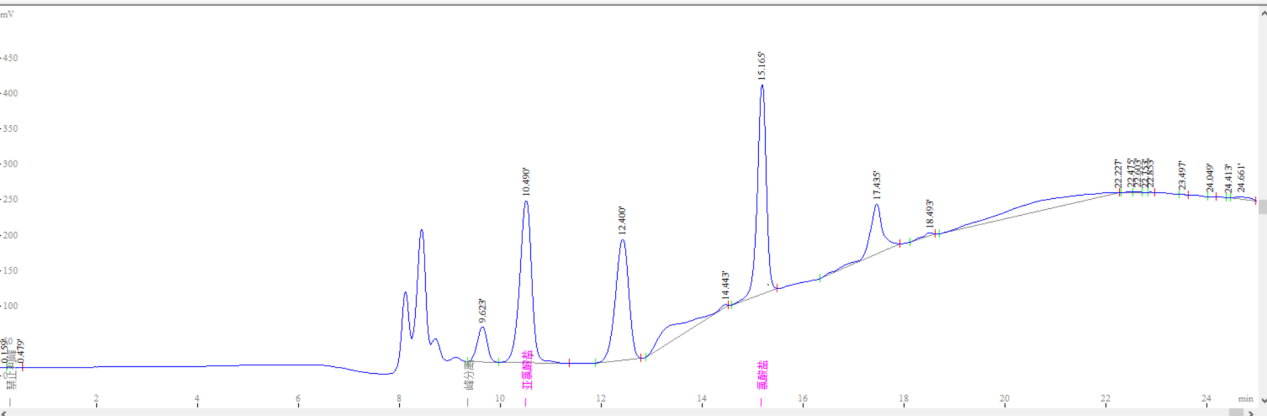
|  |  |
| --- | --- |
| 时间/min | 氢氧化钾浓度/(mmol/L) |
| 0 | 5 |
| 5 | 5 |
| 5.1 | 40 |
| 25 | 5 |
| 30 | 5 |

J.7.3 校准曲线的绘制

用高纯水（J.3.1）依次配制浓度分别为0 mg/L、0.05 mg/L、0.10mg/L、0.20mg/L、0.50mg/L、0.80mg/L、1.00mg/L的亚氯酸盐、氯酸盐标准系列。系列浓度可根据测定需要及仪器性能进行调整。按照浓度从小到大的顺序，使用车载式离子色谱系统依次上机测定，以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

J.7.4 试样测定

测定J.5处理好的试样，根据亚氯酸盐、氯酸盐的峰面积由校准曲线得到亚氯酸盐、氯酸盐的浓度。亚氯酸盐、氯酸盐标准色谱图见图J-1。当样品浓度超出校准曲线线性范围时，应将样品稀释后测定。



图J-1 亚氯酸盐、氯酸盐标准色谱图

J.7.5 空白试样测定

按照与试样测定（J.7.4）相同的步骤进行空白试样（J.6）的测定。

J.8 结果计算与表示

J.8.1 定性结果

根据标准色谱图中亚氯酸盐、氯酸盐的保留时间确定被测样品中的亚氯酸盐、氯酸盐。

J.8.2 定量结果

水样中物质的质量浓度计算见式（1）：

 （1）

式中：

ρ—水样中亚氯酸盐、氯酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）;

A—水样中亚氯酸盐、氯酸盐对应的峰面积（μS×min）；

a—校准曲线的截距；

b—校准曲线的斜率；

V1 —稀释前样品体积；

V2 —稀释后样品体积。

J.8.3 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

J.9 精密度与准确度

J.9.1 精密度

测定了出厂水亚氯酸盐加标样品，加标浓度分别为0.40 mg/L及0.80 mg/L，相对标准偏差分别为7.5%、6.9%。

测定了出厂水氯酸盐加标样品，加标浓度分别为0.40 mg/L及0.80 mg/L，相对标准偏差分别为9.8%、9.7%。

J.9.2 准确度

测定了出厂水亚氯酸盐加标样品，加标浓度分别为0.40 mg/L及0.80 mg/L，回收率在93.9%~122%之间。

测定了出厂水氯酸盐加标样品，加标浓度分别为0.40 mg/L及0.80 mg/L，回收率在83.0%~110%之间。

J.10 注意事项

J.10.1 空白试验

每批次样品应做空白试验，测定结果不能超过方法的检出限。

J.10.2 校准曲线

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少5个浓度点的校准曲线，曲线的相关系数*r*2应大于0.999。

J.10.3 因为移动监测样品性质复杂，进样前应对样品是否受污染及污染物种类进行判断。当样品中存在有机物污染时，先经C18固相萃取柱预处理再进行测定；当样品存在重金属污染时，先经钠型树脂柱预处理，再用过滤器过滤后进行测定。

J.10.4 移动检测设备固定在移动监测车上，受外界温湿度变化影响较大，需严格控制检测环境条件，尽量保持环境温湿度恒定。

J.10.5 在无法持续保证移动实验室的供电和室内环境条件时，应将管路中的液体排空防止冻结，抑制器、色谱柱、检测器等关键备件转移至环境条件符合存储要求的固定处所进行管理。

J.11 运行维护

J.11.1 仪器维护周期：色谱柱可根据目标物出峰是否异常以及物质分离度参数判定是否需要更换，抑制器可依据灵敏度进行更换。

J.11.2 建议每批样品完成后使用纯水进样降低仪器的残留污染。

J.11.3 仪器应每月至少开机运行一次，开机后应通过系统压力、背景电导、信噪比判断是否达到仪器使用要求。

J.11.4 移动实验室外出使用前，应将离子色谱仪及配套设备全部关机，主机及配套设备全部使用捆扎带固定好后方可移动。

# 附录 K 挥发酚、氰化物的测定 连续流动法

K.1 方法说明

本方法规定了测定水中挥发酚、氰化物的连续流动法。

本方法适用于生活饮用水及其水源水中挥发酚、氰化物的测定。

本方法挥发酚的方法检出限为0.5μg/L，测定下限为2 μg/L；氰化物的方法检出限为0.5μg/L，测定下限为2 μg/L。

K.2 方法原理和仪器性能要求

K.2.1 挥发酚的方法原理同GB/T 5750.4-2006中的9.1；氰化物的方法原理同GB/T 5750.5-2006中的4.1。

K.2.2 仪器技术指标可参照《CJ/T141-2018 城镇供水水质标准检验方法》中挥发酚、氰化物的连续流动法执行。

K.3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

K.3.1 实验用水：电阻率大于18.0 MΩ•cm，其余指标满足GB/T 6682中的一级标准。

K.3.2 50 % 曲拉通溶液

量取50 mL 曲拉通（Triton X-100）溶液，加入到50 mL 无水乙醇中，混匀。

K.3.3 盐酸溶液：C=1 mol/L

量取83 mL盐酸（ρ=1.19 g/mL），缓慢加入到500 mL纯水中，冷却至室温后用纯水稀释至1000 mL。

K.3.4 氢氧化钠溶液：C=5 mol/L

称取100 g氢氧化钠（NaOH），用纯水溶解并稀释至500 mL。

K.3.5氢氧化钠溶液：C=0.01 mol/L

移取2 mL氢氧化钠溶液（K.3.4）于900 mL纯水中并用纯水稀释至1000 mL。

K.3.6 蒸馏试剂

量取160 mL 磷酸（ρ=1.69 g/mL）至500 mL纯水中，冷却至室温后用纯水稀释至1000 mL。

K.3.7 储备缓冲液

称取3.4 g 硼酸（HBO3），1.8 g 氢氧化钠（NaOH）和3.7 g 氯化钾（KCl），用纯水溶解并稀释至1000 mL。

K.3.8 铁氰化钾溶液

称取0.4 g 铁氰化钾(K3Fe(CN)6)溶于200 mL储备缓冲液（K.3.7）中。

K.3.9 4-氨基安替比啉溶液

称取0.1 g 4-氨基安替比啉(C11H13N3O)溶于200 mL储备缓冲液（K.3.7）中,加入0.2 mL 50% 曲拉通溶液（K.3.2），混匀。

K.3.10 氰化物工作缓冲液

称取4 g 磷酸二氢钾(KH2PO4),20 g 磷酸氢二钠（Na2HPO4·12H2O）和4 g柠檬酸三钠（C6H5Na3O7·3H2O），用纯水溶解并稀释至1000 mL,加入1 mL 50% 曲拉通溶液（K.3.2），混匀。

K.3.11 异烟酸-吡唑啉酮溶液

移取6 mL 氢氧化钠溶液（K.3.4）于100 mL 纯水中，称取3.5 g 异烟酸（C6H5O2N）溶于上述溶液中，搅拌至完全溶解；另称取1.5 g 吡唑啉酮(C10H10N2O)溶于20 mL N,N-二甲基甲酰胺（C3H7NO）溶液中。合并两种溶液，用氢氧化钠溶液（K.3.4）调节pH至7.0，然后用纯水稀释至200 mL，混匀。

K.3.12 氯胺-T溶液

称取0.1 g 氯胺-T（C7H7ClNNaO2S）溶于200 mL纯水中，临用时配制。

K.3.13 吸收溶液

量取200 mL储备缓冲液（K.3.7），加入0.5 mL 50 % 曲拉通溶液（K.3.2），混匀。

K.3.14 标准溶液

K.3.14.1 挥发酚、氰化物标准储备溶液：ρ=1.00 mg/mL。

可用分析纯化学品配制，也可购买有证标准溶液。

K.3.14.2 挥发酚、氰化物标准使用溶液：ρ=1000 μg/L

用氢氧化钠溶液（K.3.5）稀释挥发酚、氰化物标准储备溶液（K.3.14.1），配制成浓度为1000 μg/L 的挥发酚、氰化物标准使用溶液，现用现配。

K.3.15 管路清洗溶液

移取0.5 mL 50 % 曲拉通溶液（K.3.2）于1000 mL 纯水中，混匀。

K.4 仪器和设备

K.4.1 车载连续流动分析仪及其相应的设备。挥发酚滤光片：505 nm；氰化物滤光片：630 nm。

K.4.2 超纯水机。

K.4.3 过滤装置，配套0.45μm孔径水系微孔滤膜。

K.5 样品预处理

K.5.1 样品的采集

样品采集参照GB/T 5750的相关规定执行。

K.5.2 样品的制备

澄清样品直接进样，混浊样品用0.45μm孔径水系微孔滤膜过滤。

K.6 空白试验

以实验用水代替样品。

K.7 分析步骤

K.7.1 开机前仪器连接状态确认

移动检测车到达目的地后，解除仪器与进样器固定，确认仪器进样器、冷却循环装置、检测模块正常后，开启仪器、进样器、冷却循环装置和电脑。

K.7.2 仪器调谐

将试剂管放入管路清洗溶液（K.3.15）、蒸馏试剂管放入纯水中进行仪器清洗润滑调谐。半小时后，将试剂管放入相应的试剂中，蒸馏试剂管放入蒸馏试剂中。

K.7.3 校准曲线的绘制

用氢氧化钠溶液（K.3.5）做稀释液，将挥发酚、氰化物标准使用溶液（K.3.14.2）依次配制成浓度为 0.0 μg/L、2.0 μg/L、5.0μg/L、10 μg/L、20.0μg、100μg/L的挥发酚、氰化物标准曲线系列，可根据测量需要调整校准曲线的浓度范围。

标准曲线系列溶液按照浓度由低至高顺序依次上机检测，以溶液浓度为横坐标，样品峰高为纵坐标建立校准曲线，用线性回归分析方法计算样品含量。

K.7.3 样品测定

K.7.3.1 试样的测定

将按照K 5.2 的要求处理的样品进行上机进样测定。

K.7.3.2 空白试样的测定

按照与试样相同的测定条件测定空白试样。

K.7.4 结果与表示

K.7.4.1 结果计算

样品中挥发酚、氰化物含量按照下列公式进行计算：

ρ = A × k + b

式中：ρ——样品中挥发酚、氰化物的浓度，μg/L；

A——仪器信号响应峰高；

k——标准曲线的斜率；

b——标准曲线的截距。

注：此公式只是标准曲线绘制及样品测定的依据，实际检测过程中均由仪器工作站自动绘制及读数。

K.7.4.2 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保持一致，最多保留三位有效数字。

K.8 准确度与精密度

配制浓度为4.0μg/L的挥发酚纯水加标样品，重复测定7次，相对标准偏差3.3 %；配制浓度为50.0μg/L的挥发酚纯水加标样品，重复测定7次，相对标准偏差0.46 %。

配制浓度为1.5μg/L的氰化物纯水加标样品，重复测定7次，相对标准偏差5.4 %；配制浓度为50.0μg/L的氰化物纯水加标样品，重复测定7次，相对标准偏差0.45 %。

分别对地表水和出厂水进行挥发酚加标测定，重复测定7次，加标浓度2.0μg/L，地表水加标回收率90.0 %～98.0 %，出厂水加标回收率88.0 %～97.0 %；加标浓度5.0μg/L，地表水加标回收率92.4 %～99.2 %，出厂水加标回收率92.0 %～98.4 %。

分别对地表水和出厂水进行氰化物加标测定，重复测定7次，加标浓度2.0μg/L，地表水加标回收率89.5%～97.5 %，出厂水加标回收率88.0 %～96.0 %；加标浓度5.0μg/L，地表水加标回收率93.6 %～99.6 %，出厂水加标回收率92.4 %～98.0 %。

K.9 注意事项

K.9.1 启动冷却循环装置时，先开电源开关，再开制冷开关。

K.9.2 检查分析模块的管路连接是否连接正确，是否有松动漏液现象，然后盖上泵压盘，启动泵并吸取试剂。

K.9.3 分析运行结束后，先关闭蒸馏器的电源。再将所有试剂管从试剂瓶中取出，将管壁擦干或用纯水冲洗干净后放入纯水中清洗30分钟。

K.9.4 最后将所有试剂管从纯水中取出，将泵调到快速，将模块管路中的水排空。

K.9.5 关闭泵电源。取下泵压盘，将右边泵管塑料卡条放松。

K.9.6 关闭进样器和检测器电源，关闭冷却循装置电源。

K.10 运行维护

K.10.1 仪器维护周期：每次仪器使用前、后对进样系统和仪器模块维护；每6个月对冷却装置维护；泵管有老化现象时应及时更换。

K.10.2 仪器长期不使用时，应每月至少开机运行一次，仪器调谐结果应满足仪器出厂要求。

K.10.3 移动实验室外出使用前，应将仪器及配套设备全部关机，主机及进样器使用捆扎带固定好后方可移动。

# 附录L 氨氮的测定 现场测定法

L.1 方法说明

本方法规定了测定生活饮用水及其水源水中氨氮的现场测定法。

本方法的检测下限为0.03 mg/L。

L.2 方法原理

氰尿酸与水结合水解生成稳定的次氯酸，氨的化合物与次氯酸盐反应生成一氯胺(NH2 Cl)，一氯胺与水杨酸盐反应生成5-氨基水杨酸，在亚硝基铁氰酸盐的催化作用下，5-氨基水杨酸盐被氧化成水杨酸靛酯(蓝色化合物)，蓝色化合物在过量的亚硝基铁氰酸盐试剂(黄色溶液)环境中显绿色，该化合物的吸光度与氨氮含量成正比，于波长694 nm处测量吸光度。

L.3 仪器和设备

L.3.1 多参数分光光度计：600～800 nm。

L.3.2 样品瓶：10 mL。

L.3.3 超声波清洗器。

L.3.4 移液器：10 mL。

L.3.5 锥形瓶：500 mL。

L.3.6 滤纸。

L.3.7 淀粉-碘化钾试纸。

L.4.8 漏斗：φ90 mm。

L.4 试剂和材料

L.4.1 纯水：符合GA/T 6682规定的二级水，要求无氨。

L.4.2 水杨酸试剂包：符合设备要求。

L.4.3 氰尿酸试剂包：符合设备要求。

L.4.4 氨氮标准溶液：ρ=100 μg/mL，有证标准溶液。

L.4.5 硫代硫酸钠：分析纯。

L.4.6 盐酸：ρ=1.19 g/mL，分析纯。

L.4.7 硫酸：ρ=1.84 g/mL，分析纯。

L.4.8 氢氧化钠：分析纯。

L.4.9 硫代硫酸钠溶液：C=0.1 mol/L

称取26 g硫代硫酸钠（L.4.5），溶于1000 mL纯水（L.4.1）中，缓缓煮沸10 mLn，冷却，放置2 W后滤过备用。

L.4.10 盐酸溶液（1+3）：将盐酸（L.4.6）缓缓加到纯水（L.4.1）中，体积比为1:3。

L.4.11 氢氧化钠：C=5 mol/L

称取20 g氢氧化钠（L.4.8），用纯水（L.4.1）溶解后稀释至100 mL。

L.5 样品采集与保存

按照GB/T 5750.2-2006的规定执行。若样品中存在余氯，可加入适量的硫代硫酸钠溶液去除，用淀粉-碘化钾试纸（L.3.7）检验余氯是否除尽。

L.6 样品测定

L.6.1 仪器准备

长按开机键开机，仪器开机后自检样品波长等条件，通过后进入待检页面。

选择启动程序中氨氮水杨酸检测方法。方法中包含波长、检测结果输出及计时器等因素。

L.6.2 样品检测

L.6.2.1 量取10 mL样品于样品瓶（L.3.2）中，同时取纯水（L.4.1）做空白试样。

L.6.2.2 取水杨酸试剂包，每个样品加入一个水杨酸试剂包（L.4.2）。盖好塞子摇动并超声使试剂溶解，启动仪器计时反应3 min。

L.6.2.3 计时结束后，打开样品瓶塞，在每个样品中加入一个氰尿酸试剂包（L.4.3）。盖好塞子摇动并超声使试剂溶解，启动仪器计时反应15 min。

L.6.2.4 打开仪器样品池将空白插入，盖好样品池盖，清零。

L.6.2.5 将样品依次放入样品池中，读取数据，结果以mg/L表示。

L.7 结果记录

以空白清零后检测，仪器显示浓度则为样品检测浓度。

L.8 精密度与准确度

分别测定浓度为0.20 mg/L 、0.03 mg/L的纯水加标样品，相对标准偏差分别为7.0%和15.6 %，加标回收率为：100 %～133 %。

测定加标浓度为0.20 mg/L的地表水加标样品，加标回收率为115 %～140 %。

L.9 注意事项

L.9.1 质量控制和保证参照按照GB/T 5750.3-2006的规定执行。

L.9.2浊度或色度过高时影响读数，可蒸馏后检测。

L.9.3 样品中铁、锰等金属离子过高会对氨氮检测造成干扰，检测时将相应量铁、锰等金属离子加入纯水中以此溶液代替纯水做空白清除干扰。

L.9.4野外试验环境空气中可能存在氨气污染，空白值有可能通过空气交叉污染。打开试剂或处理样品应在一个无氨环境中（密闭实验空间或通风橱内），以避免氨的交叉传输。

L.9.5 移动实验车野外检测经常会遇到较低温等极端天气，防止样品池壁“结雾”，应先放置至室温后再测量，测量时应充分摇匀，并尽快将样品倒入样品池内，倒入时应沿着样品池缓慢倒入，避免产生气泡。

L.9.6 定期检查易耗品和试剂。

L.10 运行维护

L.10.1 检查仪器供电是否正常，如采用电池供电，检查电池是否完好。超过一个月不用时，取出样品池和电池。

L.10.2 移动实验车外出时避免仪器长期暴露在紫外光和太阳光下。测量时远离干扰设备，不要与干扰设备共用一个插座。在测试过程和储存时，始终关闭样品池盒盖，防止进入灰尘和脏物

L.10.3 仪器使用后应保持关机状态，擦拭干净，固定放置于装备箱内。

L.10.4 如遇到仪器长期不开启的情况，应每月对仪器进行至少一次维护以保证其正常运行。

# 附录M 总大肠菌群的测定 酶底物法

M.1 方法说明

本方法规定了测定水中总大肠菌群的酶底物法，检测限为1MPN/100mL。

本方法可在24h判断水样中是否含有总大肠菌群及含有的总大肠菌群的最大可能数（MPN）。

M.2 原理

水样中含有的总大肠菌群在MMO-MUG培养基中繁殖，产生的特异性生物酶β-半乳糖苷酶能分解MMO-MUG培养基中的色原底物ONPG，使培养基呈现黄色反应，以此来检测水中总大肠菌群。

M.3 试剂与材料

M.3.1 MMO-MUG培养基，也可以使用其他等效产品。

M.3.2 无菌水：实验用水满足GB/T 6682二级及以上分析实验室用水要求，经121 ℃高压蒸汽灭菌20 min，备用。

M.3.3 生理盐水：氯化钠浓度为0.85 %。

M.3.4 无菌取样瓶：具螺旋盖，可灭菌的100 mL玻璃瓶，也可以使用其他等效产品。

M.3.5 51孔定量盘。

M.3.6 97孔定量盘。

M.3.7 标准比色盘。

M.4 仪器设备

M.4.1车载恒温培养箱，可控温度：36℃±1℃。

M.4.2程控定量封口机。

M.5 分析步骤

M.5.1实验条件确认

M.5.1.1核查样品检测耗材，确保所用培养基在有效期内。

M.5.1.2打开恒温培养箱（M.4.1）及封口机（M.4.2）电源开关，设定培养箱温度36℃。

M.5.1.3对培养箱内壁及实验台面进行清洁消毒。

M.5.2样品分析

M.5.2.1 环境空白样品的制备：用无菌取样瓶（M.3.4）量取100mL无菌水（M.3.2），加入一包培养基（M.3.1），混摇均匀使之完全溶解。

M.5.2.2根据水样类型和污染程度确定稀释倍数，采用无菌生理盐水（M.3.3）对样品进行稀释。

M.5.2.3用无菌取样瓶（M.3.4）量取100mL水样，加入一包培养基（M.3.1），混摇均匀使之完全溶解。

M.5.2.4将上述取样瓶放入36℃±1℃的培养箱（M.4.1）中培养24h，即为定性分析；将上述水样全部倒入51孔或97孔无菌定量盘内，用程控定量封口机（M.4.2）封口后置于36℃±1℃的培养箱（M.4.1）中培养24h，即为定量分析。

M.6 结果与表示

M.6.1环境空白

培养后，环境空白应无颜色变化，即均为阴性反应，否则该批次测试结果无效，应重新测定。

M.6.2定性结果

培养后的水样变为黄色，判断为阳性反应，表示水中含有总大肠菌群；水样颜色未发生变化，判断为阴性反应，表示水中未检出总大肠菌群。定性结果以总大肠菌群“阳性”或“阴性”报告。

M.6.3定量结果

观察培养后的定量盘，计数有黄色反应的孔穴数，对照51孔或97孔定量盘法不同阳性结果的最可能数（MPN）及95%可信范围检索表查出总大肠菌群的最可能数（MPN），具体参照GB/T5750.12-2006中表5、HJ 1001-2018中表A.1。结果以MPN/100mL表示。如所有孔穴未产生黄色，则可报告为总大肠菌群未检出。

M.7 准确度和精密度

采用浓度为102±13 MPN/100mL的总大肠菌群质控样品对本方法准确度进行验证，质控样品的测定结果在可接受结果范围内，与真值的相对误差为-23.9%；采用本方法分别对低、中、高3个浓度的样品进行5次平行测定，相对标准偏差分别为8.6%、14.5%、18.4%；针对同一样品，分别采用本方法以及实验室方法同时测定，两种方法测定结果的相对偏差在-11.3%～20.9%范围内（测定结果>25.0MPN/100mL时）。

M.8 质量保证和质量控制

M.8.1样品检测前采用75%酒精对培养箱内壁及实验台面进行清洁消毒。

M.8.2 每批次样品均做环境空白测试，检测过程中禁止非专业测试人员进入生物测试区。

M.8.3培养温度应严格控制在35℃～37℃，温度过高或者过低都会影响实验结果。

M.8.4培养时间在24h～28h之间均可获得准确结果。

M.8.5结果判读需要与标准比色板对照，任何与标准比色盘（M.3.7）颜色相等或更强的黄色都判定为阳性结果。

M.9 注意事项

M.9.1 培养箱每月开机不少于1次，接通电源，打开开关，运行稳定后，培养箱温度为36±1℃；长期搁置时，应关闭培养箱开关并切断电源。

M.9.2 使用校准合格的温度计，对培养箱温控情况进行校准，实测温度与设定温度相差不大于1℃，使用前对培养箱内壁进行清洁消毒。

M.9.3 封口机每月开机不少于1次，接通电源，打开开关，红色电源指示灯亮起，预热完成后，绿色功能灯亮起，则封口机运行正常；长期搁置时，应关闭培养箱开关并切断电源。

M.9.4生物废弃物单独收集后，统一灭菌处理。

液中，如果传感器上的玻璃敏感膜已干燥需先用饱和氯化钾浸泡15min活化后使用。

# 附录N 参考资料

* 1. 生活饮用水标准检验方法 GB/T 5750
  2. 数值俢约规则与极限数值的表示和判定 GB/T 8170
  3. 合格评定 化学分析方法确认和验证指南 GB/T 27417
  4. 移动实验室有害废物管理规范 GB/T 29478
  5. 移动实验室通用要求 GB/T 29479
  6. 移动实验室 第2部分：能力要求 GB/T 29479.2
  7. 移动实验室 样品采集与处理通用技术规范 GB/T 31036
  8. 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求 GB/T 32465
  9. 移动实验室 仪器设备量值溯源与传递指南 GB/T 33709
  10. 移动实验室 信息传输系统通用技术规范 GB/T 33711
  11. 地下水检测移动实验室通用技术规范 GB/T 35401
  12. 地表水快速检测移动实验室通用技术规范 GB/T 38118
  13. 城镇供水水质标准检验方法 CJ/T 141
  14. 城镇供水水质在线监测技术标准 CJJ/T 271
  15. 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求 RB/T 214
  16. 城镇供水水质检测移动实验室 T/CECS ×××××-202×