

附件二：



中华人民共和国国家标准

GB □□□□□—200□

有机磷类农药工业水污染物排放标准

Effluent standard of pollutants for organic phosphate pesticides industry

(二次征求意见稿)

200□-□□-□□发布

200□-□□-□□实施

环 境 保 护 部
国家质量监督检验检疫总局

发布

目 次

前 言	I
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 水污染物排放控制要求	6
5 监测要求	9
6 标准实施与监督	10
附录 A: 废水中单质磷的测定—磷钼蓝比色法	12
附录 B: 废水中敌敌畏等七种有机磷农药分析检测方法—气相色谱法	14
附录 C: 废水中特丁硫磷分析检测方法	19
附录 D: 废水中丙溴磷分析检测方法	20
附录 E: 废水中杀螟硫磷分析检测方法	20
附录 F: 废水中辛硫磷分析检测方法	21
附录 G: 废水中异稻瘟净分析检测方法	21
附录 H: 废水中乙酰甲胺磷分析检测方法	22
附录 I: 废水中毒死蜱、甲基毒死蜱分析检测方法	22
附录 J: 废水中三唑磷分析检测方法	23

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国水污染防治法》、《国务院关于落实科学发展观 加强环境保护的决定》等法律、法规和《国务院关于编制全国主体功能区规划的意见》，保护环境，防治污染，加强对农药工业废水排放的控制和管理，制定本标准。

本标准根据有机磷类农药工业生产工艺及污染治理技术特点，规定了有机磷类农药：甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等原药生产过程中水污染物排放限值、监测和监控要求，适用于甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等原药生产企业水污染防治和管理。

本标准还规定了有机磷农药中间体：亚磷酸二甲酯、亚磷酸三甲酯、甲基硫代磷酰氯、二甲基硫代磷酰氯、二乙基硫代磷酰氯、二甲基二硫代磷酸（盐）、二乙基二硫代磷酸（盐）等的生产过程中水污染物排放限值、监测和监控要求。

为促进地区经济与环境协调发展，推动经济结构的调整和经济增长方式的转变，引导工业生产工艺和污染治理技术的发展方向，本标准规定了水污染物特别排放限值。

有机磷类农药工业企业排放大气污染物（含恶臭污染物）、环境噪声适用相应的国家污染物排放标准，产生固体废物的鉴别、处理和处置适用国家固体废物污染物控制标准。

自本标准实施之日起，有机磷类农药甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等原药生产企业水污染物排放按本标准执行，不再执行《污水综合排放标准》（GB8978-1996）。

本标准附录A、附录B为规范性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司提出。

本标准主要起草单位：中国化工环保协会、中国农药工业协会。

本标准环境保护部200□年□□月□□日批准。

本标准自200□年□□月□□日实施。

本标准由环境保护部解释。

有机磷类农药工业水污染物排放标准

1 适用范围

本标准规定了有机磷类农药：甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等原药生产企业和有机磷农药中间体：亚磷酸二甲酯、亚磷酸三甲酯、甲基硫代磷酰氯、二甲基硫代磷酰氯、二乙基硫代磷酰氯、二甲基二硫代磷酸（盐）、二乙基二硫代磷酸（盐）等有机磷农药中间体生产企业水污染物排放限值、监测和监控要求，以及标准的实施与监督等相关规定。

本标准适用于现有有机磷类农药甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等原药生产企业有机磷农药中间体：亚磷酸二甲酯、亚磷酸三甲酯、甲基硫代磷酰氯、二甲基硫代磷酰氯、二乙基硫代磷酰氯、二甲基二硫代磷酸（盐）、二乙基二硫代磷酸（盐）等有机磷农药中间体生产企业建设项目的环评评价、环境保护设施设计、竣工环境保护验收及其投产后的水污染防治和管理。除以上有机磷类农药以外的其他有机磷类农药的排放限值，可根据其对哺乳动物及鱼类毒性，参照本标准中相应的毒性范围的排放限值取值。

本标准适用于法律允许的污染物排放行为；新设立污染源的选址和特殊保护区域内现有污染源的管理，按照《中华人民共和国水污染防治法》、《中华人民共和国海洋环境保护法》、《中华人民共和国环境影响评价法》等法律、法规、规章的相关规定执行。

本标准规定的水污染物排放控制要求适用于企业向环境水体的排放行为。

企业向设置污水处理厂的城镇排水系统排放废水时，有毒污染物甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷，在本标准规定的监控位置执行相应的排放限值；其他污染物的排放控制要求由企业向城镇污水处理厂根据其污水处理能力商定或执行相关标准，并报当地环境保护主管部门备案；城镇污水处理厂应保证排放污染物达到相关排放标准要求。

建设项目拟向设置污水处理厂的城镇排水系统排放废水时，由建设单位与城镇污水处理厂按前款的规定执行。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 6920-1986	水质	pH 值的测定	玻璃电极法
GB/T 11914-1989	水质	化学需氧量的测定	重铬酸盐法
GB/T 7488-1987	水质	五日生化需氧量(BOD ₅)的测定	稀释与接种法
GB/T 11901-1989	水质	悬浮物的测定	重量法
GB/T 11903-1989	水质	色度的测定	
GB/T 7478-1987	水质	铵的测定	蒸馏和滴定法
GB/T 7479-1987	水质	铵的测定	纳氏试剂比色法
GB/T 7490-1987	水质	挥发酚的测定	蒸馏后 4-氨基安替比林分光光度法

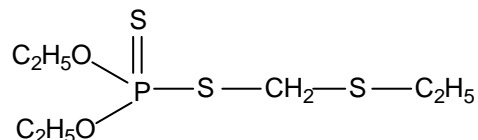
- GB/T 16489-1996 水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法
 GB/T 17133-1997 水质 硫化物的测定 直接显色分光光度法
 HJ/T 195—2005 水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法
 HJ/T 399—2007 水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法
 《污染源自动监控管理办法》（国家环境保护总局令第 28 号）
 《环境监测管理办法》（国家环境保护总局令第 39 号）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

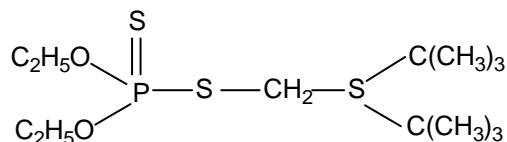
3.1 甲拌磷

中文通用名称：甲拌磷，又称伏螟，福瑞松，塞美特，西梅脱，3911；英文名称：phorate；化学名称：O,O-二乙基乙硫基-S-(乙硫基甲基)二硫代磷酸酯；分子式：C₇H₁₇O₂PS₃；分子量：260.38；结构式：



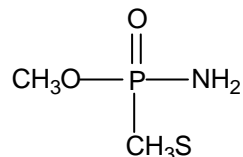
3.2 特丁硫磷

中文通用名称：特丁硫磷，又称抗虫得，叔丁硫磷，特丁磷，特福松；英文名称：terbufos；化学名称：O-特丁基硫甲基)苯基 O,O-二乙基二硫代磷酸酯；分子式：C₉H₂₁O₂PS₃；分子量：288.4；结构式：



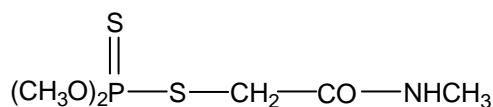
3.3 甲胺磷

中文通用名称：甲胺磷，又称多灭磷，达马松，科螨隆；英文名称：methamidophos；化学名称：O,S-二甲基硫代磷酰胺；分子式：C₂H₈N₀2PS；分子量：141.1；结构式：



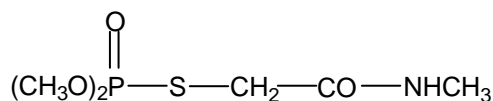
3.4 乐果

中文通用名称：乐果，又称乐戈，乐果苯；英文名称：dimethoate；化学名称：O,O-二甲基S-(N-甲基氨基甲酰甲基)二硫代磷酸酯；分子式：C₅H₁₂NO₃PS₂；分子量：229.26；结构式：



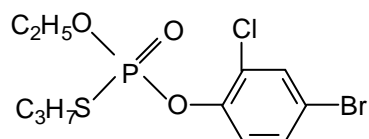
3.5 氧乐果

中文通用名称：氧乐果，又称氧化乐果，华果，欧灭松，克蚧灵；英文名称：omethoate；化学名称：O-O-二甲基-S-(N-甲基氨基甲酰甲基)硫代磷酸酯；分子式： $C_5H_{12}NO_4PS$ ；分子量：213.2；结构式：



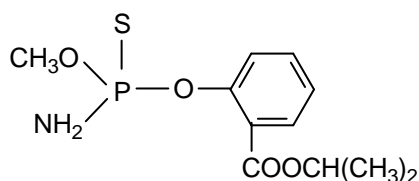
3.6 丙溴磷

中文通用名称：丙溴磷，又称多虫磷，多虫清，溴氯磷，布飞松，菜乐康；英文名称：profenofos；化学名称：O-(4-溴-2-氯苯基)O-乙基 S-正丙基硫代磷酸酯；分子式： $C_{11}H_{15}BrClO_3PS$ ；分子量：373.6；结构式：



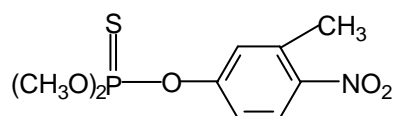
3.7 水胺硫磷

中文通用名称：水胺硫磷，又称梨星一号，灭蛾净，羟胺磷，羧胺磷；英文名称：isocarbophos；化学名称：O-甲基-O-(邻-水杨酸异丙酯)硫逐磷酰胺；分子式： $C_{11}H_{16}NO_4PS$ ；分子量：288.0；结构式：



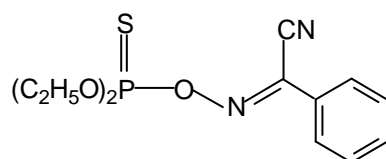
3.8 杀螟硫磷

中文通用名称：杀螟硫磷，又称灭蟑百特，灭蛀磷，杀螟松，诺毕速灭松，扑灭松，杀螟松，速灭松；英文名称：fenitrothion；化学名称：O,O-二甲基O-4-硝基-间-甲基苯基硫逐磷酸酯；分子式： $C_9H_{12}NO_5PS$ ；分子量：277.2；结构式：



3.9 辛硫磷

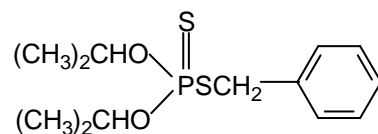
中文通用名称：辛硫磷，又称巴赛松，拜辛松，倍腈松，倍氰松，仓虫净，腈膦磷，膦磷，膦硫磷；英文名称：phoxim；化学名称：O,O-二乙基-O-a-氰基亚苄氨基氧硫逐磷酸酯；分子式： $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$ ；分子量：298.29；结构式：



3.10 异稻瘟净

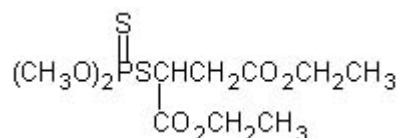
中文通用名称：异稻瘟净，又称IBP，异丙稻瘟净，克打净P；英文名称：iprobenfos；化学名称：

O,O-二异丙基-S-苄基硫代磷酸酯；分子式： $C_{13}H_{21}O_3PS$ ；分子量：288.3；结构式：



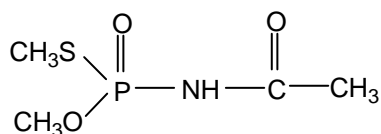
3.11 马拉硫磷

中文通用名称：马拉硫磷，又称防虫磷，粮虫净，粮泰安，马拉塞昂，马拉松，四零四九；英文名称：malathion；化学名称：S-1,2-双(乙氧基羰基)乙基 O,O-二甲基二硫代磷酸酯；分子式： $C_{10}H_{10}O_6PS_2$ ；分子量：330.3；结构式：



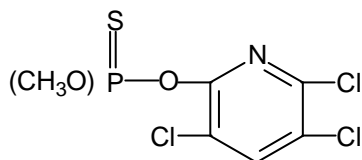
3.12 乙酰胺磷

中文通用名称：乙酰胺磷，又称高灭磷，盖土磷，欧杀松，杀虫灵，杀虫磷，酰胺磷；英文名称：acephate；化学名称：O,S 二甲基-N-乙酰基硫代磷酸胺；分子式： $C_4H_{10}NO_3PS$ ；分子量：183.2；结构式：



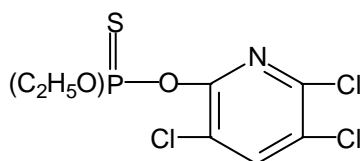
3.13 甲基毒死蜱

中文通用名称：甲基毒死蜱，又称甲基氯吡硫磷；英文名称：chlorpyrifos-methyl；化学名称：O,O-二甲基-O-(3,5,6-三氯-2-吡啶基)硫逐磷酸酯；分子式： $C_7H_7Cl_3NO_3PS$ ；分子量：322.5；结构式：



3.14 毒死蜱

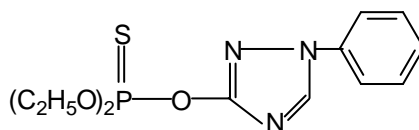
中文通用名称：毒死蜱，又称白蚁清，蓝珠，乐斯本，氯吡磷，氯吡硫磷，杀死虫，泰乐凯，陶斯松；英文名称：chlorpyrifos；化学名称：O,O-二乙基-O-(3,5,6-三氯-2-吡啶基)硫逐磷酸酯；分子式： $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$ ；分子量：350.6；结构式：



3.15 三唑磷

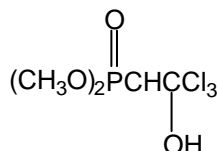
中文通用名称：三唑磷，又称三唑硫磷，特力克；英文名称：triazophos；化学名称：O,O-二乙基

O-1-苯基-1H-1,2,4-三唑-3-基硫逐磷酸酯；分子式： $C_{12}H_{16}N_3O_3PS$ ；分子量：313.3；结构式：



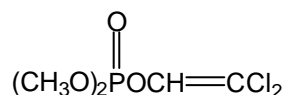
3.16 敌百虫

中文通用名称：敌百虫，又称三氯松，毒霸；英文名称：trichlorfon；化学名称：二甲基2,2,2-三氯-1-羟基乙基磷酸酯；分子式： $C_4H_8Cl_3O_4P$ ；分子量：257.4；结构式：



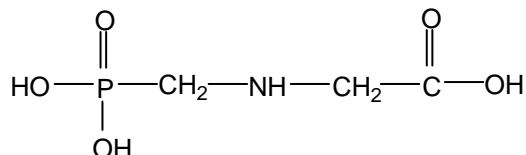
3.17 敌敌畏

中文通用名称：敌敌畏，又称二氯松；英文名称：dichlorvos；化学名称：O,O-二甲基-O-(2,2-二氯乙烯基)磷酸酯；分子式： $C_4H_7Cl_2O_2P$ ；分子量：221.0；结构式：



3.18 草甘膦

中文通用名称：草甘膦，又称农达，镇草宁，膦甘酸；英文名称：glyphosate；化学名称：N-膦羧基甲基甘氨酸；分子式： $C_3H_8NO_5P$ ；分子量：169.07；结构式：



3.19 有机磷中间体

指主要用于有机磷农药生产的含磷有机化合物，包括亚磷酸二甲酯、亚磷酸三甲酯、甲基硫代磷酸酰胺、二甲基硫代磷酸氯、二乙基硫代磷酸氯、甲基二硫代磷酸（盐）、二乙基二硫代磷酸（盐）、双甘膦等。

3.20 现有企业

指在本标准实施之日前，已建成投产或环境影响评价文件已通过审批的农药企业或生产设施。

3.21 新建企业

指在本标准实施之日起，环境影响评价文件通过审批的新建、改建、扩建农药工业建设项目。

3.22 排水量

指生产设施或企业排放到企业法定边界外的废水量。包括与生产有直接或间接关系的各种外排废水（含厂区生活污水、冷却废水、厂区锅炉和电站废水等）。

3.23 单位产品基准排水量

指用于核定水污染物排放浓度而规定的生产单位农药原药（以 100%浓度计）的废水排放量上限

值。

4 水污染物排放控制要求

4.1 排放限值

4.1.1 现有企业自2009年1月1日起至2010年6月30日执行表1规定的水污染物排放限值。

4.1.2 现有企业自2010年7月1日起执行表2规定的水污染物排放限值。

4.1.3 新建企业自2008年7月1日起执行表2规定的水污染物排放限值。

表 1 现有企业水污染物排放限值

单位：mg/L（pH、色度除外）

序号	污染物项目		排放限值	污染物排放监控位置
1	pH（无量纲）		6~9	企业废水总排放口
2	化学需氧量（COD _{Cr} ）		150	企业废水总排放口
3	五日生化需氧量（BOD ₅ ）		30	企业废水总排放口
4	悬浮物（SS）		150	企业废水总排放口
5	色度（稀释倍数）		80	企业废水总排放口
6	氨氮		25	企业废水总排放口
7	挥发酚		0.5	企业废水总排放口
8	硫化物（以 S 计）		1.0	企业废水总排放口
9	磷酸盐（以 P 计）		20	企业废水总排放口
10	单质磷		0.2	企业废水总排放口
11	甲醛		2.0	企业废水总排放口
12	剧毒、高毒产品	甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷等	0.2	生产车间或设施废水排放口
13	中等毒性产品	氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷等	1.0	生产车间或设施废水排放口
14	低毒产品	杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷等	2.0	生产车间或设施废水排放口
15	对鱼类有剧毒产品	甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷	0.1	生产车间或设施废水排放口
单位产品 基准排水 量（m ³ /t 产品）	有机磷农药中 间体	亚磷酸二甲酯	20	企业废水总排放口
		亚磷酸三甲酯	150	
		甲基硫代磷酸氯	125	
		二甲基硫代磷酸氯	250	
		二乙基硫代磷酸氯	100	
		二甲基二硫代磷酸（盐）	20	
		二乙基二硫代磷酸（盐）	20	
	有机磷农药	敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫	1	生产车间或设施废水排放口
		敌敌畏（敌百虫碱解法）、草甘膦、二甲基一硫代磷酸酯类农药	5	
		二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	5	
		乐果、氧乐果、马拉硫磷	5	
		敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫	20	

	敌敌畏（敌百虫碱解法）	250	
	草甘膦	150	
	二甲基一硫代磷酸酯类农药	200	
	二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	200	
	乐果、氧乐果、马拉硫磷	400	

注：①二甲基一硫代磷酸酯类农药包括甲胺磷、杀螟硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱；

②二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药包括丙溴磷、辛硫磷、三唑磷、毒死蜱、异稻瘟净。

表 2 新建企业水污染物排放限值

单位：mg/L（pH、色度除外）

序号	污染物项目		排放限值	污染物排放监控位置
1	pH（无量纲）		6~9	企业废水总排放口
2	化学需氧量（COD _{Cr} ）		100	企业废水总排放口
3	五日生化需氧量（BOD ₅ ）		20	企业废水总排放口
4	悬浮物（SS）		70	企业废水总排放口
5	色度（稀释倍数）		50	企业废水总排放口
6	氨氮		15	企业废水总排放口
7	挥发酚		0.5	企业废水总排放口
8	硫化物（以 S 计）		1.0	企业废水总排放口
9	磷酸盐（以 P 计）		15	企业废水总排放口
10	单质磷		0.1	企业废水总排放口
11	甲醛		1.5	企业废水总排放口
12	苯		0.4	企业废水总排放口
13	甲苯		0.4	企业废水总排放口
14	二甲苯		0.6	企业废水总排放口
15	剧毒、高毒产品	甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷等	0.2	生产车间或设施废水排放口
16	中等毒性产品	氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷等	1.0	生产车间或设施废水排放口
17	低毒产品	杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷等	2.0	生产车间或设施废水排放口
18	对鱼类有剧毒产品	甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷	0.1	生产车间或设施废水排放口
单位产品 基准排水 量（m ³ /t 产品）	有机磷农药中 间体	亚磷酸二甲酯	20	企业废水总排放口
		亚磷酸三甲酯	150	
		甲基硫代磷酸酐	125	
		二甲基硫代磷酸酐	250	
		二乙基硫代磷酸酐	100	
		二甲基二硫代磷酸（盐）	20	
	二乙基二硫代磷酸（盐）	20		
	有机磷农药	敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫	1	生产车间或设施废水排放口
		敌敌畏（敌百虫碱解法）、草甘膦、二甲基一硫代磷酸酯类农药	5	
		二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	5	
乐果、氧乐果、马拉硫磷		5		
敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫		20	企业废水总排放口	

	敌敌畏（敌百虫碱解法）	250	
	草甘膦	150	
	二甲基一硫代磷酸酯类农药	200	
	二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	200	
	乐果、氧乐果、马拉硫磷	400	

注：①二甲基一硫代磷酸酯类农药包括甲胺磷、杀螟硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱；

②二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药包括丙溴磷、辛硫磷、三唑磷、毒死蜱、异稻瘟净。

4.1.4 根据环境保护工作的要求，在国土开发密度已经较高、环境承载能力开始减弱，或环境容量较小、生态环境脆弱，容易发生严重环境污染问题而需要采取特别保护措施的地区，应严格控制企业的污染物排放行为，在上述地区的企业执行表3规定的水污染物特别排放限值。

执行水污染物特别排放限值的区域范围、时间，由国务院环境保护行政主管部门或省级人民政府规定。

表 3 现有和新建企业水污染物排放限值

单位：mg/L（pH、色度除外）

序号	污染物项目		排放限值	污染物排放监控位置
1	pH（无量纲）		6~9	企业废水总排放口
2	化学需氧量（COD _{Cr} ）		80	企业废水总排放口
3	五日生化需氧量（BOD ₅ ）		20	企业废水总排放口
4	悬浮物（SS）		70	企业废水总排放口
5	色度（稀释倍数）		50	企业废水总排放口
6	氨氮		15	企业废水总排放口
7	挥发酚		0.5	企业废水总排放口
8	硫化物（以 S 计）		1.0	企业废水总排放口
9	磷酸盐（以 P 计）		1.0	企业废水总排放口
10	单质磷		0.1	企业废水总排放口
11	甲醛		1.5	企业废水总排放口
12	苯		0.4	企业废水总排放口
13	甲苯		0.4	企业废水总排放口
14	二甲苯		0.6	企业废水总排放口
15	剧毒、高毒产品	甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷等	0.2	生产车间或设施废水排放口
16	中等毒性产品	氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷等	1.0	生产车间或设施废水排放口
17	低毒产品	杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷等	2.0	生产车间或设施废水排放口
18	对鱼类有剧毒产品	甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷	0.1	生产车间或设施废水排放口
单位产品基准排水量（m ³ /t 产品）	有机磷农药中间体	亚磷酸二甲酯	20	企业废水总排放口
		亚磷酸三甲酯	150	
		甲基硫代磷酸氯	125	
		二甲基硫代磷酸氯	250	
		二乙基硫代磷酸氯	100	
		二甲基二硫代磷酸（盐）	20	
		二乙基二硫代磷酸（盐）	20	

序号	污染物项目	排放限值	污染物排放监控位置
有机磷农药	敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫	1	生产车间或设施废水排放口
	敌敌畏（敌百虫碱解法）、草甘膦、二甲基一硫代磷酸酯类农药	5	
	二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	5	
	乐果、氧乐果、马拉硫磷	5	
	敌敌畏（亚磷酸三甲酯法）、敌百虫	20	企业废水总排放口
	敌敌畏（敌百虫碱解法）	250	
	草甘膦	150	
	二甲基一硫代磷酸酯类农药	200	
	二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药	200	
	乐果、氧乐果、马拉硫磷	400	

注：①二甲基一硫代磷酸酯类农药包括甲胺磷、杀螟硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱；

②二乙（丙）基一硫代磷酸酯类农药包括丙溴磷、辛硫磷、三唑磷、毒死蜱、异稻瘟净。

4.2 水污染物基准排水量排放浓度的换算

4.2.1 水污染物排放浓度限值适用于单位产品实际排水量不高于单位产品基准排水量的情况。若单位产品实际排水量超过单位产品基准排水量，须按公式（1）将实测水污染物浓度换算为水污染物基准排水量排放浓度，并以水污染物基准排水量排放浓度作为判定排放是否达标的依据。产品产量和排水量统计周期为一个工作日。

4.2.2 在企业的生产设施同时生产两种以上产品、可适用不同排放控制要求或不同行业国家污染物排放标准，且生产设施产生的污水混合处理排放的情况下，应执行排放标准中规定的最严格的浓度限值，并按公式（1）换算水污染物基准排水量排放浓度。

$$C_{\text{基}} = \frac{Q_{\text{总}}}{\sum Y_i Q_{i\text{基}}} \times C_{\text{实}} \quad (1)$$

式中：

$C_{\text{基}}$ ——水污染物基准排水量排放浓度（mg/L）

$Q_{\text{总}}$ ——实测排水总量（m³）

Y_i ——某种产品产量（t）

$Q_{i\text{基}}$ ——某种产品的单位产品基准排水量（m³/t）

$C_{\text{实}}$ ——实测水污染物浓度（mg/L）

若 $Q_{\text{总}}$ 与 $\sum Y_i Q_{i\text{基}}$ 的比值小于 1，则以水污染物实测浓度作为判定排放是否达标的依据。

5 监测要求

5.1 对企业排放废水的采样，应根据监测污染物的种类，在规定的污染物排放监控位置进行。在污染物

排放监控位置须设置永久性排污口标志。

5.2 新建企业应按照《污染源自动监控管理办法》的规定，安装污染物排放自动监控设备，并与环保部门的监控中心联网，并保证设备正常运行。各地现有企业安装污染物排放自动监控设备的要求由省级环境保护行政主管部门规定。

5.3 对企业污染物排放情况进行监测的频次、采样时间等要求，按国家有关污染源监测技术规范的规定执行。

5.4 企业产品产量的核定，以法定报表为依据。

5.5 企业应按照有关法律和《环境监测管理办法》的规定，对排污状况进行监测，并保存原始监测记录。

5.6 对企业排放水污染物浓度的测定采用表 4 所列的方法标准。

表 4 有机磷农药企业水污染物分析方法

序号	项目	方法标准名称	方法来源
1	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB/T 6920-1986
2	化学需氧量	水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法	GB/T 11914-1989
		水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法	HJ/T 399 - 2007
3	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	GB/T 7488-1987
4	悬浮物	水质 悬浮物的测定 重量法	GB/T 11901-1989
5	色度	水质 色度的测定	GB/T 11903-1989
6	氨氮	水质 铵的测定 蒸馏和滴定法	GB/T 7478-1987
		水质 铵的测定 纳氏试剂比色法	GB/T 7479-1987
		水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法	HJ/T 195—2005
7	挥发酚	水质 挥发酚的测定 蒸馏后4-氨基安替比林分光光度法	GB/T 7490-1987
8	硫化物（以S计）	水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法	GB/T 16489-1996
		水质 硫化物的测定 直接显色分光光度法	GB/T 17133-1997
9	磷酸盐（以P计）	废水中磷酸盐的测定 钼蓝比色法	(1)
10	单质磷	废水中单质磷的测定 磷钼蓝比色法	(2)
11	甲醛	水质 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法	GB 13197-1991
12	苯、甲苯、二甲苯	水质 苯系物的测定 气相色谱法	GB 11890-1989
13	有机磷农药		(3)

注：暂采用下列方法，待国家方法标准发布后，执行国家标准。

(1) 《水和废水监测分析方法（第四版）》，中国环境科学出版社，2002年。

(2) 详见附录一。

(3) 详见附录二——十。

6 标准实施与监督

6.1 本标准由县级以上人民政府环境保护行政主管部门负责监督实施。

6.2 在任何情况下，企业均应遵守本标准的污染物排放控制要求，采取必要措施保证污染防治设施正常运行。各级环保部门在对设施进行监督性检查时，可以现场即时采样或监测的结果，作为判定排污行为是否符合排放标准以及实施相关环境保护管理措施的依据。在发现设施耗水或排水量有异常变化的情况下，应核定设施的实际产品产量和排水量，按本标准的规定，换算水污染物基准排水量排放浓度。

附 录 A

(规范性附录)

废水中单质磷的测定 磷钼蓝比色法

A.1 原理

本方法的原理：单质磷经苯萃取后氧化形成的钼磷酸为氯化亚锡还原成蓝色络合物。灵敏度比钼钼磷酸比色法高，并且易于富集，富集后能提高单质磷含量小于 0.1mg/L 时检测的可靠性，并减少干扰。

水样中含砷化物、硅化物和硫化物的量分别为单质磷含量的 100 倍、200 倍和 300 倍时，对本方法无明显干扰。

A.2 仪器和试剂

A.2.1 仪器：分光光度计：3cm 比色皿

A.2.2 比色管：50ml

A.2.3 分液漏斗：60、125、250 ml

A.2.4 磨口锥形瓶：250ml

A.2.5 试剂：以下试剂均为分析纯：苯、高氯酸、溴酸钾、溴化钾、甘油、氯化亚锡、钼酸铵、磷酸二氢钾、醋酸丁酯、硫酸、硝酸、无水乙醇、酚酞指示剂。

A.3 溶液的配制

A.3.1 磷酸二氢钾标准溶液：准确称取 0.4394g 干燥过的磷酸二氢钾，溶于少量水中，移入 1000ml 容量瓶中，定容。此溶液 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 含量为 0.1mg/ml。取 10ml 上述溶液于 1000ml 容量瓶中，定容，得到 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 含量为 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的磷酸二氢钾标准溶液。

A.3.2 溴酸钾—溴化钾溶液：溶解 10g 溴酸钾和 8g 溴化钾于 400 ml 水中。

A.3.3 2.5%钼酸铵溶液：称取 2.5g 钼酸铵，加 1：1 硫酸溶液 70ml，待钼酸铵溶解后再加入 30ml 水。

A.3.4 2.5%氯化亚锡甘油溶液：溶解 2.5g 氯化亚锡于 100ml 甘油中（可在水浴中加热，促进溶解）。

A.3.5 5%钼酸铵溶液：溶解 12.5g 钼酸铵于 150ml 水中，溶解后将此液缓慢地倒入 100ml 1：5 的硝酸溶液中。

A.3.6 1%氯化亚锡溶液：溶解 1g 氯化亚锡于 15ml 盐酸中，加入 85ml 水及 1.5g 抗坏血酸。（可保存 4～5 天）。

A.3.7 1：1 硫酸溶液、1：1 硝酸溶液、20%氢氧化钠溶液。

A.4 测定步骤

A.4.1 废水中单质磷含量大于 0.05mg/L 时，采取水相直接比色，按下列规定操作：

A.4.1.1 水样预处理：

a) 萃取：移取 10～100ml 水样于盛有 25ml 苯的 125ml 或 250ml 的分液漏斗中，振荡 5min 后静置分层。将水相移入另一盛有 15ml 苯的分液漏斗中，振荡 2min 后静置，弃去水相，将苯相并入第一支分液漏斗中。加入 15min 水，振荡 1min 后静置，弃去水相，苯相重复操作水洗 6 次。

b) 氧化: 在苯相中加入 10~15ml 溴酸钾-溴化钾溶液, 2ml1:1 硫酸溶液振荡 5min, 静置 2min 后加入 2ml 高氯酸, 再振荡 5min, 移入 250ml 锥形瓶内, 在电热板上缓缓加热以驱赶过量高氯酸和除溴(勿使样品溅出或蒸干), 至白烟减少时, 取下冷却。加入少量水及 1 滴酚酞指示剂, 用 20% 氢氧化钠溶液中和至呈粉红色, 加 1 滴 1:1 硫酸溶液至粉红色消失, 移入容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度(据单质磷的含量确定稀释体积)。

A.4.1.2 比色

移取适量上述的稀释液于 50ml 比色管中, 加 2ml 2.5% 钼酸铵溶液及 6 滴 2.5% 氯化亚锡甘油溶液, 加水稀释至刻度, 混匀, 于 20~30℃ 放置 20~30min, 倾入 3cm 比色皿中, 在分光光度计 690nm 波长处, 以试剂空白为零, 测光密度。

A.4.1.3 直接比色工作曲线的绘制

(a) 移取适量的磷酸二氢钾标准溶液, 使 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 的含量分别为 0、1、3、5、7……17 μg 于 50ml 比色管中, 测光密度。

(b) 以 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 含量为横坐标, 光密度为纵坐标, 绘制直接比色工作曲线。

A.4.2 为水中单质磷含量小于 0.05mg/L 时, 采用有机相萃取比色。按下列规定操作:

A.4.2.1 水样预处理

萃取比色: 移取适量的氧化稀释液于 60ml 分液漏斗已含有 3ml 的 1:5 硝酸溶液中, 加入 7ml 15% 钼酸铵溶液和 10ml 醋酸丁酯, 振荡 1min, 弃去水相, 向有机相加 2ml 1% 氯化亚锡溶液, 摇匀, 再加入 1ml 无水乙醇, 轻轻转动分液漏斗, 使水珠下降, 放尽水相, 将有机相倾入 3cm 比色皿中, 在分光光度计 630 或 720nm 波长处, 以试剂空白为零测光密度。

A.4.2.2 有机相萃取比色工作曲线的绘制

(a) 移取适量的磷酸二氢钾标准溶液, 使 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 含量分别为 1、2、3、4、5 μg 于 60ml 分液漏斗中, 加入少量的水, 以下按上节萃取比色步骤进行。

(b) 以 $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ 含量为横坐标, 光密度为纵坐标, 绘制有机相萃取比色工作曲线。

A.5 计算

用下列公式计算直接比色和有机相萃取比色测得 1L 废水中单质磷的毫克数。

$$P = \frac{G}{\frac{V_1}{V_2} \times V_3}$$

式中: G ——从工作曲线查得单质磷量, μg ;

V_1 ——取废水水样体积, ml;

V_2 ——废水水样氧化后稀释体积, ml;

V_3 ——比色时取稀释液的体积, ml。

A.6 精确度

平行测定两个结果的差数, 不应超过较小结果的 10%。

取平行测定两个结果的算术平均值作为样品中单质磷的含量, 测定结果取两位有效数字。

A.7 样品保存

采样后调节水样 pH 值为 6~7, 可于塑料瓶或玻璃瓶贮存 48 h。

附 录 B

(规范性附录)

废水中敌敌畏等七种有机磷农药分析检测方法 气相色谱法

B.1 试剂和材料

B.1.1 载气和辅助气体

B.1.1.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

B.1.1.2 燃烧气：氢气。

B.1.1.3 助燃气：空气。

B.1.2 标准样品及所用化学试剂

B.1.2.1 标准样品：敌敌畏、甲胺磷、甲拌磷、氧化乐果、乐果、马拉硫磷、水胺硫磷纯度为 $95.0\% \sim 99.0\%$ 。

B.1.2.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：分析纯。

B.1.2.3 丙酮 (CH_3COCH_3)：分析纯。

B.1.2.4 乙酸乙酯 ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)：分析纯。

B.1.2.5 甲醇 (MeOH)：分析纯。

B.1.2.6 氯化钠 (NaCl)：分析纯。

B.1.2.7 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：在 300°C 下烘4h 后放入干燥器备用。

B.2 仪器和设备

B.2.1 旋转蒸发器。

B.2.2 真空泵

B.2.3 样品瓶：玻璃磨口瓶，1L。

B.2.4 微量注射器： $5\mu\text{L}$ ， $10\mu\text{L}$ 。

B.2.5 玻璃器皿：1000mL 分液漏斗，500mL 分液漏斗。

B.2.6 气相色谱仪：带有氮磷检测器，备有毛细管色谱柱。

B.2.7 毛细管色谱柱：毛细管色谱柱 ($30\text{m} \times 0.53\text{mm} \times 1.0\mu\text{m}$)。

B.3 干扰及消除

检验可能存在的干扰：用石英弹性毛细管柱HP-35 ($30\text{m} \times 0.53\text{mm} \times 1.0\mu\text{m}$)测定后，再用石英弹性毛细管柱DB-17 ($30\text{m} \times 0.53\text{mm} \times 1.0\mu\text{m}$)在相同条件下进行确证检验色谱分析，可确定各有机磷农药的组分及杂质干扰状况。

B.4 样品

B.4.1 样品性质

样品的稳定性：在样品中的有机磷农药不稳定，易分解。

B.4.2 样品的采集与保存：用磨口玻璃瓶采集样品，在采样前用水样将取样瓶冲洗2~3次。

水样应在弱酸性状态下保存，并尽快分析，水样4℃冷藏箱保存。

B.4.3 试样的制备

B.4.3.1 水样中含甲胺磷的液液萃取

量取50mL水样，转入500mL分液漏斗中，加硫酸铵至饱和，分别用70mL乙酸乙酯、50mL乙酸乙酯和12mL甲醇的混合溶剂、以及50mL乙酸乙酯各萃取一次，合并有机相，经无水硫酸钠漏斗脱水后收集于250mL平底烧瓶中，40℃减压浓缩至近干，用少量丙酮分多次洗涤，并转入1mL刻度试管中，氮气吹至近干，丙酮定容至5mL，供气相色谱测定。

B.4.3.2 水样中除甲胺磷以外农药的液-液萃取

量取250mL水样，转入1000mL分液漏斗中，分别向其中加入18g氯化钠和125mL丙酮，充分振摇混合均匀。分别用50mL×3二氯甲烷萃取3次，合并有机相，过无水硫酸钠漏斗后收集于250ml平底烧瓶中，于40℃减压浓缩至近干。室温下氮气吹干，用丙酮定容至5mL，供气相色谱测定。

B.5 操作步骤

B.5.1 仪器的调整

B.5.1.1 气化室温度：230℃。

B.5.1.2 柱温采用程序升温方式：

起始温度120℃（恒温0.5min），以8℃/min 上升至200℃（恒温6min），再以10℃/min升至230℃（恒温5 min），再以20℃/min 升至250℃（恒温4 min）。

B.5.1.3 检测器（NPD）温度：300℃。

B.5.1.4 载气（氮气）流速：5 mL/min。

B.5.1.5 氢气流速：80 mL/min。

B.5.1.6 空气流速：110 mL/min。

B.5.1.7 尾吹（氮气）：20 mL/min。

B.5.2 校准

B.5.2.1 定量方法：外标法。

B.5.2.2 标准样品

B.5.2.2.1 使用次数：使用标准样品周期性的重复校准。视仪器的稳定性决定周期长短，一般可在测定3~4个试样后校准1次。

B.5.2.2.2 标准样品的制备

a) 农药标准溶液的制备：准确称取一定量的农药标准样品（准确到 $\pm 0.0001\text{g}$ ），用丙酮为溶剂，分别配制浓度为 1mg/mL 的敌敌畏、甲胺磷、甲拌磷、氧化乐果、乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、水胺硫磷的储备液，在冰箱中 4°C 存放。

b) 农药标准中间溶液的配制：用移液管准确量取一定量的上述15种储备液于 50mL 容量瓶中用丙酮定容至刻度，则配制成浓度为 $50\mu\text{g/mL}$ 的甲拌磷、氧化乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、水胺硫磷； $80\mu\text{g/mL}$ 的敌敌畏； $70\mu\text{g/mL}$ 的甲胺磷、 $40\mu\text{g/mL}$ 的乐果标准中间溶液。

c) 农药标准工作溶液的配制：分别用移液管吸取上述标准中间溶液每种 10mL 于 100mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度，得混合标准工作溶液。标准工作溶液在冰箱中存放。

B.5.2.2.3 气相色谱中使用标准样品的条件

a) 标准样品的进样体积与试样进样体积相同，标准样品的响应值接近试样的响应值。

b) 调节仪器的重复性条件：当一个标样连续注射两次，其峰面积（或峰高）相对偏差不大于7%，即认为仪器处于稳定状态。

c) 在实际测定时标准样品与试样尽可能交叉进样分析。

B.5.2.3 校准数据的表示

试样中组分按式（1）校准

$$X_i = \frac{A_i}{A_E} \times E_i \dots\dots\dots (1)$$

式中： X_i ——试样中组分i的含量， mg/L ；

A_i ——试样中组分i的峰面积， mm^2 （或峰高 mm ）；

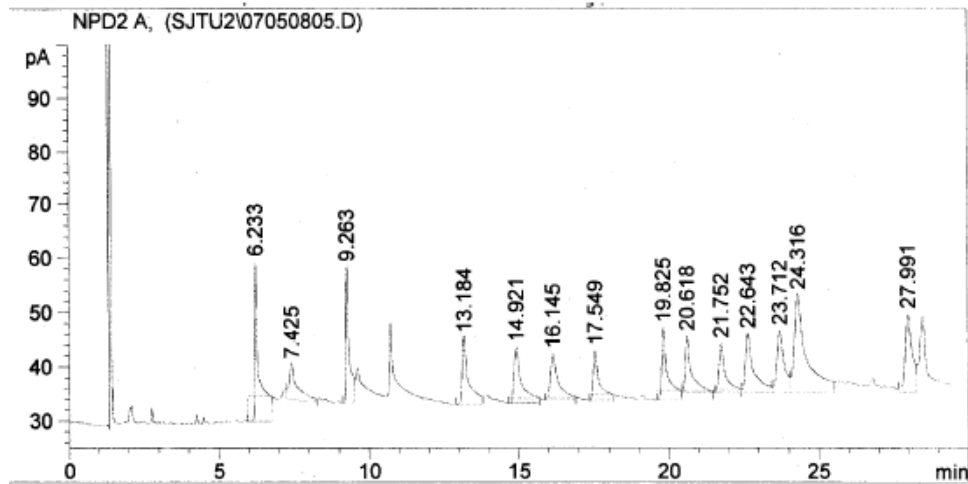
E_i ——标样中组分i的含量， mg/L ；

A_E ——标样中组分i的峰面积， mm^2 （或峰高 mm ）。

B.5.3 试验

吸取 $1\mu\text{L}$ 混合标准溶液注入气相色谱仪，用清洁微量注射器在待测样品中抽吸几次后，抽取所需进样体积，迅速注射入色谱仪中，并立即拔出注射器。记录色谱峰的保留时间和峰面积（或峰高）。再吸取 $1\mu\text{L}$ 试样，注入气相色谱仪，记录色谱峰的保留时间和峰面积（或峰高），根据色谱峰的保留时间和峰面积（或峰高）采用外标法定性和定量。

B.5.4 色谱图（见图B.1）



图B.1 标准色谱图

1、敌敌畏 (6.23min) 2、甲胺磷 (7.37min) 3、速灭磷 (9.26min) 4、甲拌磷 (13.17min) 5、氧乐果 (13.93min) 6、二嗪农 (14.93min) 7、乙拌磷 (16.14min) 8、乐果 (17.55min) 9、甲基对硫磷 (19.82min) 10、马拉硫磷 (20.62min) 11、甲基异柳磷 (21.75 min) 12、水胺硫磷 (22.64 min) 13、啶硫磷 (23.71min) 14、稻丰散 (24.31min) 15、乙硫磷 (27.99min)

B.6 结果计算

$$X = \frac{C_{is} \times V_{is} \times H_i(S_i) \times V}{V_i \times H_{is}(S_{is}) \times W} \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——样本中农药残留量 (mg/kg)；

C_{is} ——标准溶液中i组分农药浓度 ($\mu\text{g/mL}$)；

V_{is} ——标准溶液进样体积 (μL)；

V——样本溶液最终定容体积 (mL)；

V_i ——样本溶液进样体积 (μL)；

$H_{is}(S_{is})$ ——标准溶液中i组分农药的峰高 (mm或峰面积 mm^2)；

$H_i(S_i)$ ——样本溶液中i组分农药的峰高 (mm或峰面积 mm^2)；

W——称样重量 (g)。

B.7 精密度和准确度

B.7.1 精密度

相对标准偏差 (%)：0.1~12.7。见表B.2。

B.7.2 准确度

加标回收率 (%)：86.5~98.4。见表B.2。

表B.2 精密度与准确度

测定项目	样品浓度 (mg/kg)	精密度 (%)				准确度 (%)
		相对标准偏差		允许差		
		室内	室间	室内	室间	回收率
敌敌畏	0.80	5.70	8.44	22.0	26.0	90.9
	0.16	5.79	6.56	22.3	15.5	92.5
	0.08	4.00	8.00	15.4	27.6	88.9
甲胺磷	0.50	4.27	7.53	16.5	25.0	90.6
	0.10	4.12	7.99	15.9	27.4	89.8
	0.05	3.75	5.00	14.5	14.3	86.5
甲拌磷	0.50	2.87	4.52	11.1	14.4	97.6
	0.10	2.49	11.29	9.61	42.7	96.3
	0.05	3.42	6.84	13.2	23.6	92.9
氧化乐果	0.50	4.64	5.92	17.9	21.6	95.7
	0.10	4.27	5.64	17.2	12.6	92.4
	0.05	4.65	6.98	23.5	18.3	90.8
乐果	0.40	4.03	6.96	15.6	23.0	90.5
	0.08	3.32	5.53	12.8	18.0	88.5
	0.04	4.67	7.78	18.0	25.8	89.9
马拉硫磷	0.50	2.83	3.94	10.9	11.6	96.8
	0.10	3.95	4.83	15.2	12.7	95.5
	0.05	5.20	7.32	20.1	21.8	94.2
水胺硫磷	0.50	5.06	6.59	19.53	18.48	92.4
	0.10	4.82	6.02	18.60	16.24	90.2
	0.05	6.25	6.25	24.13	10.79	88.9

附 录 C

(规范性附录)

废水中特丁硫磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录B。

C.1 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱：1.0m×3.2mm (id) 玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物：SE-30涂渍在Chromosorb WAW DMCS (180 μ m~250 μ m) 上，固定液体积：(固定液+载体) 体积=5:100。

C.2 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温160；气化室200；检测器室200。

气体流量(mL/min)：载气(N₂) 30；氢气40；空气400。

进样量(μ L)：1。

保留时间(min)：特丁硫磷3.6。

附录 D.
(规范性附录)

废水中丙溴磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

D.1 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：1.0m×3.2mm (id) 玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物：OV-210涂渍在Chromosorb WAW DMCS (180μm~250μm) 上，固定液：(固定液+载体)
=3:100 (质量比)。

D.2 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温195；气化室250；检测器室250。

气体流量(mL/min)：载气(N₂) 50；氢气50；空气500。

进样量(μL)：1。

保留时间(min)：丙溴磷5.2。

附录 E
(规范性附录)

废水中杀螟硫磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

E.1 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：0.5m×2.2mm不锈钢柱。

柱填充物：5%OV-101/Chlomosorb W-HP,125~150μm (100~120目)。

E.2 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温 155±5；气化室 220；检测器室 250。

气体流量(mL/min)：载气(N₂) 15；氢气 30；空气 300。

进样量(μL)：1。

保留时间(min)：杀螟硫磷约11min。

附录 F

(规范性附录)

废水中辛硫磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

F.1 仪器

气相色谱仪:具有火焰光度检测器。

色谱柱: 1m×3mm玻璃柱。

柱填充物: 5%OV-101 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS (80~100 目) 上。

F.2 气相色谱操作条件

温度(°C): 柱温 175; 气化室 185; 检测器室 200。

气体流量(mL/min): 载气(N₂) 80; 氢气 60; 空气 60。

进样量(μL): 1。

保留时间(min): 辛硫磷4.83min。

附录 G

(规范性附录)

废水中异稻瘟净分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

G.1 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

柱填充物: SE-30涂渍在Chromosorb WAW DMCS (180μm~250μm) 上, 固定液体积:(固定液+载体) 体积=5:100。

G.2 气相色谱操作条件

温度(°C): 柱温 155; 气化室 200; 检测器室 200。

气体流量(mL/min): 载气(N₂) 30; 氢气40; 空气400。

进样量(μL): 1。

保留时间(min): 异稻瘟净5.7。

附录 H:

(规范性附录)

废水中乙酰甲胺磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

H.1 仪器

气相色谱仪:具有火焰光度检测器。

色谱柱: 0.5m×3mm玻璃柱。

柱填充物: 2%DEGS涂渍在Chromosorb WAW DMCS (80~100目) 上。

H.2 气相色谱操作条件

温度(°C): 柱温 180; 气化室 200; 检测器室 200。

气体流量 (mL/min): 载气 (N₂) 70; 氢气70; 空气400。

进样量 (μL): 1。

保留时间 (min): 乙酰甲胺磷1.9。

附录 I

(规范性附录)

废水中毒死蜍、甲基毒死蜍分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

I.1 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱: 2m×2mm玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物: OV-101 涂渍在 Chlomosorb WAW DMCS (80~100目) 上, 在 300°C老化 12 小时。

I.2 气相色谱操作条件

温度(°C): 柱温 190; 气化室 260; 检测器室 220。

气体流量 (mL/min): 载气 (N₂) 36; 氢气 35; 助燃气 (O₂) 流速 350。

样量 (μL): 1。

保留时间 (min): 甲基毒死蜍约3.5; 毒死蜍约6.3。

附录 J

(规范性附录)

废水中三唑磷分析检测方法

试剂和材料、样品的采集与保存、试样的制备、标准样品的制备、试验、结果计算同附录二。

J.1 仪器

气相色谱仪:具有FID检测器。

色谱柱: 1.5m×3.2mm玻璃柱。

柱填充物: OV-101 涂渍在 Chlomosorb WAW DMCS (150~180 μ m) 上, 固定液: (固定液+载体)
=3:100 (m/m)。

J.2 气相色谱操作条件

温度(°C): 柱温 220; 气化室 250; 检测器室 250。

气体流量(mL/min): 载气 (N₂) 30; 氢气 30; 空气 300。

进样量 (μ L): 1。

保留时间 (min): 三唑磷7.5min。
