

(京)新登字 023 号

UDC 614.777 : 620.113
Z 12



GB 12999—91

中华人民共和国国家标准

GB 12999—91

水质采样 样品的保存和管理 技术规定

Water quality sampling—Technical regulation
of the preservation and handling of samples

中华人民共和国
国家标准
水质采样 样品的保存和管理
技术规定

GB 12999—91

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

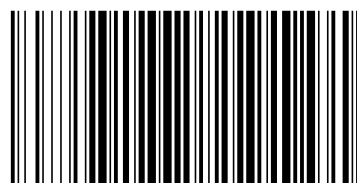
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 32 千字
1992 年 8 月第一版 2004 年 4 月第三次印刷
印数 6 601—6 700

*

书号: 155066·1-8920 定价 12.00 元

*

标目 194—08



GB 12999-1991

1991-01-25 发布

1992-03-01 实施

国家技术监督局
国家环境保护局 发布

中华人民共和国国家标准

水质采样 样品的保存和管理

技术规定

GB 12999—91

Water quality sampling—Technical regulation of the preservation and handling of samples

本标准是水质采样标准第三部分。

本标准参照采用 ISO 5667-3 : 1985《水质——采样——样品保存和管理技术指导》。

1 主题内容与适用范围

本标准适用于天然水、生活污水及工业废水等,当所采集的水样(瞬时样或混合样)不能立即在现场分析,必须送往实验室测试时,本标准所提供的样品保存技术与管理程序是适用的。

2 样品保存

各种水质的水样,从采集到分析这段时间里,由于物理的、化学的、生物的作用会发生不同程度的变化,这些变化使得进行分析时的样品已不再是采样时的样品,为了使这种变化降低到最小的程度,必须在采样时对样品加以保护。

2.1 水样变化的原因

2.1.1 生物作用:细菌、藻类及其他生物体的新陈代谢会消耗水样中的某些组分,产生一些新的组分,改变一些组分的性质,生物作用会对样品中待测的一些项目如溶解氧、二氧化碳、含氮化合物、磷及硅等的含量及浓度产生影响。

2.1.2 化学作用:水样各组分间可能发生化学反应,从而改变了某些组分的含量与性质。例如溶解氧或空气中的氧能使二价铁、硫化物等氧化;聚合物可能解聚;单体化合物也有可能聚合。

2.1.3 物理作用:光照、温度、静置或振动,敞露或密封等保存条件及容器材质都会影响水样的性质。如温度升高或强振动会使得一些物质如氧、氰化物及汞等挥发;长期静置会使 $Al(OH)_3$ 、 $CaCO_3$ 及 $Mg_3(PO_4)_2$ 等沉淀。某些容器的内壁能不可逆地吸附或吸收一些有机物或金属化合物等。

水样在贮存期内发生变化的程度主要取决于水的类型及水样的化学性质和生物学性质。也取决于保存条件、容器材质、运输及气候变化等因素。

必须强调的是这些变化往往是非常快。常在很短的时间里样品就明显地发生了变化,因此必须在一切情况下采取必要的保护措施,并尽快地进行分析。

保护措施在降低变化的程度或减缓变化的速度方面是有作用的,但到目前为止所有的保护措施还不能完全抑制这些变化,而且对于不同类型的水,产生的保护效果也不同,饮用水很易贮存,因其对生物或化学的作用很不敏感,一般的保护措施对地面水和地下水可有效的贮存,但对废水就不同了。采自不同地点或废水性质不同其保存的效果也就不同,如采自城市污水和污水处理厂的水其保存效果不同,采自生化处理厂的废水及未经处理的污水其保存效果也不同。

由于样品中成分性质不同,有的分析项目要求单独取样,有的分析项目要求在现场分析,有些项目的样品能保存较长时间。

由于采样地点和样品成分的不同,迄今为止还没有找到适用于一切场合和情况的绝对准则。

国家环境保护局 1991-01-25 批准

1992-03-01 实施

在各种情况下,存储方法应与使用的分析技术相匹配,本标准规定了最通用的适用技术。

2.2 盛装水样容器的选择及清洗

盛装水样容器材质的选择及清洗是样品保存的首要问题。

2.2.1 对容器的要求

选择容器的材质必须注意以下几点:

2.2.1.1 容器不能引起新的沾污。一般的玻璃在贮存水样时可溶出钠、钙、镁、硅、硼等元素,在测定这些项目时应避免使用玻璃容器,以防止新的污染。

2.2.1.2 容器器壁不应吸收或吸附某些待测组分。一般的玻璃容器吸附金属,聚乙烯等塑料吸附有机物质,磷酸盐和油类,在选择容器材质时应予以考虑。

2.2.1.3 容器不应与某些待测组分发生反应。如测氟时,水样不能贮于玻璃瓶中,因为玻璃与氟化物发生反应。

2.2.1.4 深色玻璃能降低光敏作用。

2.2.2 容器的清洗规则

根据水样测定项目的要求来确定清洗容器的方法。

2.2.2.1 用于进行一般化学分析的样品

分析地面水或废水中微量化学组分时,通常要使用彻底清洗过的新容器,以减少再次污染的可能性。清洗的一般程序是,用水和洗涤剂洗,再用铬酸-硫酸洗液,然后用自来水蒸馏水冲洗干净即可,所用的洗涤剂类型和选用的容器材质要随待测组分来确定。测磷酸盐则不能使用含磷洗涤剂;测硫酸盐或铬则不能用铬酸-硫酸洗液。测重金属的玻璃容器及聚乙烯容器通常用盐酸或硝酸($c=1\text{mol/L}$)洗净并浸泡一至两天然后用蒸馏水或去离子水冲洗。

2.2.2.2 用于测定农药、除草剂等样品

一般使用棕色玻璃瓶。因除聚四氟乙烯(PTFT)外的塑料容器会对分析产生明显的干扰,按一般规则清洗(即用水及洗涤剂——铬酸-硫酸洗液——蒸馏水)后,在烘箱内 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下 4h 烘干。冷却后再用纯化过的己烷或石油醚冲洗数次。

2.2.2.3 用于微生物分析的样品

容器及塞子、盖子应经灭菌温度并且在此温度下不释放或产生出任何能抑制生物活性、灭活或促进生物生长的化学物质。

玻璃容器,按一般清洗原则洗涤用硝酸浸泡再用蒸馏水冲洗以除去重金属或铬酸盐残留物。

在灭菌前可在容器里加入硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)以除去余氯对细菌的抑制作用。(以每 125mL 容器加入 0.1mL 的 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 计量。)

2.3 水样的过滤和离心分离

在采样时或采样后不久,用滤纸滤膜或砂芯漏斗,玻璃纤维等来过滤样品或将样品离心分离都可以除去其中的悬浮物,沉淀、藻类及其他微生物。

在分析时,过滤的目的主要是区分过滤态和不可过滤态,在滤器的选择上要注意可能的吸附损失,如测有机项目时一般选用砂芯漏斗和玻璃纤维过滤,而在测定无机项目时则常用 $0.45\mu\text{m}$ 的滤膜过滤。

2.4 水样的保存措施

2.4.1 将水样充满容器至溢流并密封

为避免样品在运输途中的振荡,以及空气中的氧气、二氧化碳对容器内样品组分和待测项目的干扰,为对酸碱度、BOD、DO 等产生影响,应使水样充满容器至溢流并密封保存。但对准备冷冻保存的样品不能充满容器,否则水冻冰之后,因体积膨胀致使容器破裂。

2.4.2 冷藏

水样冷藏时的温度应低于采样时水样的温度,水样采集后立即放在冰箱或冰-水浴中,置暗处保存,一般于 $2\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏,冷藏并不适用长期保存,对废水的保存时间则更短。

表 3 管理程序记录卡片

课题编号		课题名称				样品 容器 编号	备注				
采样人员(签字)											
采样点 编号	日期	时刻	混合样	定时样	采样点 位置						
转交人签字:		日期	时刻	接收人签字:		转交人签字:	日期	时刻	接收人签字:		
转交人签字:		日期	时刻	接收人签字:		转交人签字:	日期	时刻	接收人签字:		
转交人签字:		日期	时刻	接收人签字:		转交人签字:	备注				

3.3 实验室对水样的接收

水样送至实验室时,首先要核对水样,验明标签,确切无误时签字验收。

如果不能立即进行分析时,则应尽快采取保存措施,并防止水样被污染。

附加说明:

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人陈娴文。

本标准由国家环境保护局负责解释。