

2025 年度 环境自行监测方案

陕西大美化工科技有限公司



目 录

1. 企业基本情况	- 1 -
2. 企业排污情况	- 2 -
3. 监测内容	- 7 -
3.1 监测点位布设	- 7 -
3.2 监测分析方法、仪器	- 11 -
3.3 排放执行标准	- 14 -
4. 质量保证与质量控制措施	- 15 -
4.1 实验室能力认定	- 15 -
4.2 监测人员质量保证	- 15 -
4.3 监测技术的规范性	- 15 -
4.4 试剂耗材质量保证	- 16 -
4.5 监测质量保证措施	- 16 -
4.6 采样及样品保存与运输	- 17 -
4.7 样品交接质量控制	- 18 -
4.8 实验分析质控	- 19 -
4.9 数据与记录审核质量控制	- 20 -
4.10 报告编制与审核质量控制	- 21 -
5. 监测结果公示	- 21 -
5.1 公示时限	- 21 -
5.2 公示方式、内容	- 21 -

1. 企业基本情况

陕西大美化工科技有限公司专业从事新型、环保型医药及农药中间体产品开发与生产，依托在精细化工产品研发应用领域拥有的技术和人才优势，公司生产经营甲基胂等一系列精细化工产品，广泛应用于医药、农药、轻纺、电子、军工等领域。

公司成立于 2013 年，注册地位于陕西省渭南市蒲城县陈庄镇纬二路，占地 190 亩，现有职工 188 人，公司注重新产品技术开发和工业化培育，不断深化胂类精细化工的可持续发展，逐步形成了以市场需求为先导、以技术成果转化为主体、具有特色的精细化工生产经营体系。一期项目年产 1500 吨 40%甲基胂水溶液，工艺技术经鉴定全国领先，产品远销欧美、日韩、东南亚等地区，国际、国内市场对产品认可度高；二期项目年产 9000 吨精细化工系列产品，延伸和拓展了胂类及其衍生物产品，实现可持续发展的经济效益和社会效益，达产后可实现产值超过 5 亿元。

公司在规模壮大的同时，高度重视管理创新和文化领航的作用，走低碳循环发展之路，把安全环保和质量作为企业发展的生命，持续提高工业自动化水平和科技创新能力，建立了完善的产品生产和管理体系。

公司荣获高新技术企业、国家级绿色工厂、“专精特新”企业、省级企业技术中心、省级“四主体一联合”工程技术中心、省级创新研发中心、质量标杆企业、成长之星企业、智能制造试点示范企业、园林式单位等二十余项荣誉称号。近年来，公司还通过了质量、环境

和职业健康、五星服务等 ISO 系列体系认证、三级安全生产标准化、知识产权贯标等多项认证，未来的大美，将践行高技术、专业化的发展战略，在节能减排、环境保护、质量优化、安全生产等方面日益精进，促进企业健康、快速可持续发展。。

根据《排污单位自行监测技术指南 中药、生物药品制品、化学药品制剂制造业》（HJ1256-2022）及《排污许可证申请与核发技术规范 制药工业-化学药品制剂制造》（HJ1063-2019）要求，公司根据实际生产情况，查清本单位的污染源，污染物指标及潜在的环境影响，制定了本公司环境自行监测方案。

2. 企业排污情况

甲基胍生产工艺：将水合胍、盐酸按一定比例进行中和成盐反应，脱水后加入一定量的甲醇和盐酸进行甲基化反应，再将过量的甲醇蒸出，重复利用。加入定量的水合胍进行中和置换，升温蒸出甲基胍粗品溶液，计量定量的甲基胍粗品溶液加入精馏釜，采用蒸汽升温加热塔釜内的物料。在成品收集阶段精馏出的成品甲基胍水溶液经纯度检测合格后进行收集，最终得到 40%甲基胍水溶液成品。

HN-150 生产工艺：在冷却条件下，按一定比例将偏二甲胍加入合成釜，然后向其中滴加 MDI 甲苯溶液，滴完结束后，反应一定时间，将得到的产品经过离心分离、干燥，即可得到 HN-150 产品。

HN-130 生产工艺：在冷却条件下将偏二甲胍加入合成釜中，向其中滴加 HDI 的溶液，滴完后将结晶出的产品经离心分离、干燥，即可得到 HN-130 产品。

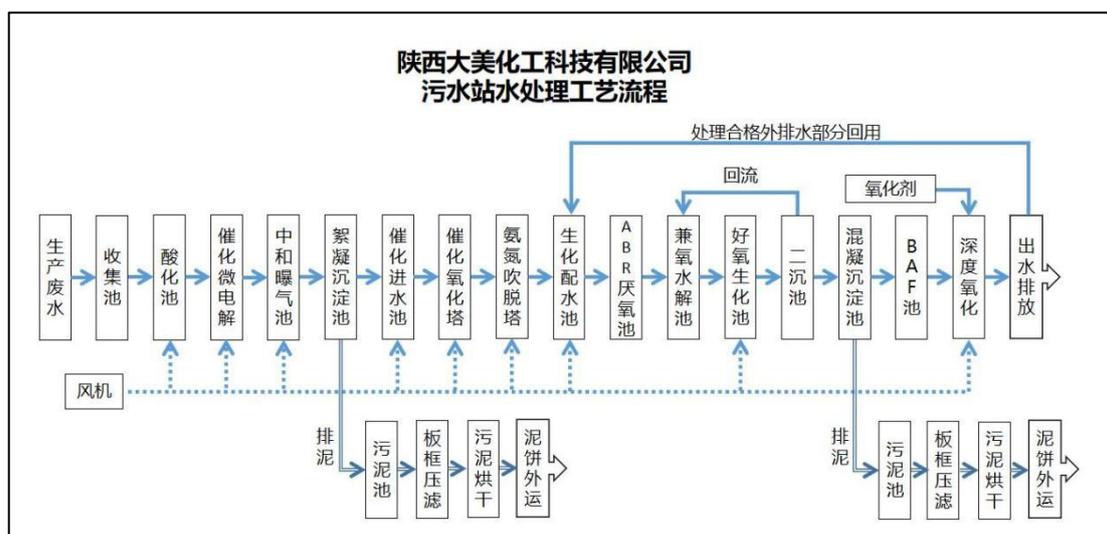
吡唑酮生产工艺：本工艺采用甲基肼与乙酰乙酸甲酯进行合成反应，并通过甲苯回流脱水、结晶出料、真空干燥等步骤获得最终产品。

三氮唑生产工艺：将计量好的甲酸铵水溶液加入反应釜，在搅拌、保温条件下滴加盐酸肼和盐酸的混合溶液，升温反应釜，于 100℃ 保温两小时，然后冷却析晶，可以得到 1,2,4-三氮唑，离心过滤，经烘干后检验、包装即为成品。

吡唑酸生产工艺：采用合成工艺，以乙酰乙酸甲酯为起始原料，经酯化反应、关环反应、碱解、酸化反应合成吡唑酸。

废水处理及排放情况：

我公司产生的生产废水主要为废气处理系统更换的喷淋液、生产工艺产生的废水以及真空系统缓冲罐更换的废水。公司建有一座污水处理站，主要处理生产废水及生活污水，设计处理能力为 180m³/d，污水站采用“催化微电解+H₂O₂ 催化氧化+氨氮吹脱+ABR 厌氧技术+A/O 生化+深度氧化处理”进行处理，达标后排入市政污水管网进入城南污水处理厂处理。



废气处理及排放情况：

我公司排放废气主要有中和成盐产生的氯化氢气体、蒸甲醇过程中产生的甲醇不凝气、精馏过程中产生的含氨不凝气、储罐自主呼吸废气、蒸馏过程中会产生少量有机溶剂逸散废气、在蒸馏回收乙醇过程中产生乙醇不凝气、加料过程中产生的二氯乙烷废气以及污水处理产生的废气。

一车间生产反应过程中含酸高位槽产生的氯化氢气体和蒸甲醇产生的甲醇不凝气经过车间集排气系统进入酸性气体吸收塔吸收，吸收效率为 95%，未完全吸收的尾气再进入活性炭吸附装置，活性炭对有机废气的吸附效率为 95%以上，吸附后废气再经由车间 25m 高排气筒排放。

精馏过程中产生的不凝气主要含有氨气，精馏不凝气体首先通过车间集排气系统进入碱性气体吸收塔，吸收塔采用酸液喷淋，碱性废气与酸液逆流接触，发生中和反应，从而被吸收，废气吸收率氨气 95%以上，未完全吸收的尾气再进入活性炭吸附装置，活性炭有机废气吸附效率为 95%以上，吸附后废气经由车间 25m 高排气筒排放。

一期储罐自主呼吸废气通过密闭管道集中收集进入尾气处理系统，经过水喷淋吸收+活性炭吸附处理后，再经由 10 米高排气筒排放。

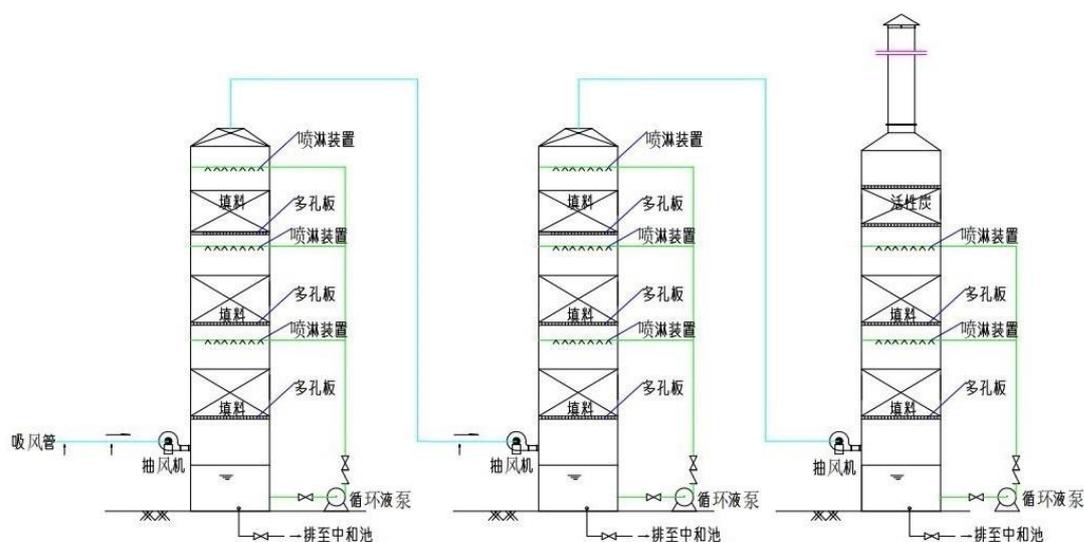
二车间生产过程中的各类有机溶剂都进行了冷凝回收，对于蒸馏及精馏过程中产生的不凝气，采用碱液喷淋吸收+活性炭吸附的方式处理后排放，吸收率达到 95%以上，废气经由车间 25m 高排气筒排放。

二期储罐自主呼吸废气通过密闭管道集中收集进入车间废气治

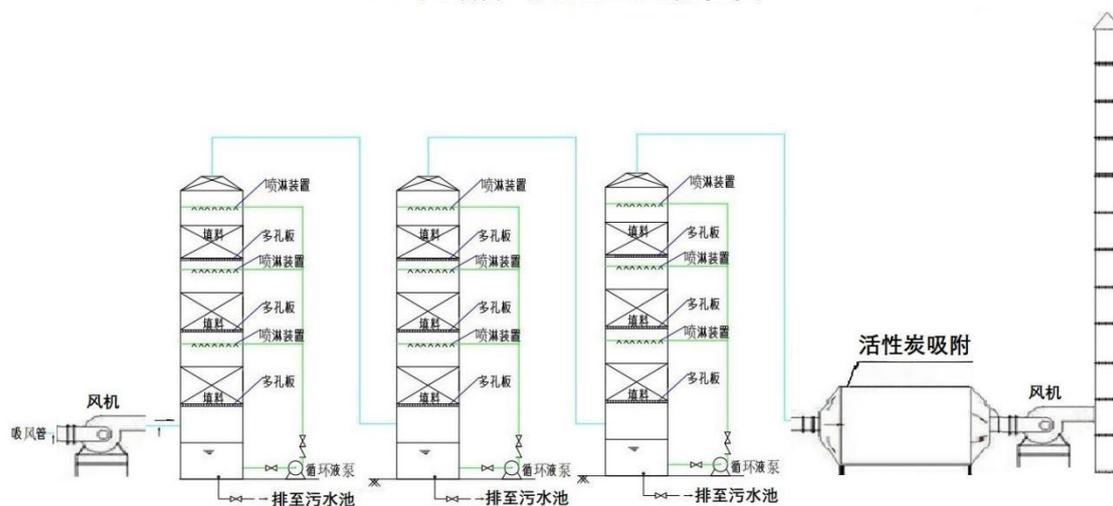
理系统，经过水喷淋吸收+活性炭吸附处理后，再经由车间 25 米高排气筒排放。

污水处理产生的废气通过密闭管道集中收集进入尾气处理系统，经过水喷淋吸收+活性炭吸附处理后，再经由 18 米高排气筒排放。

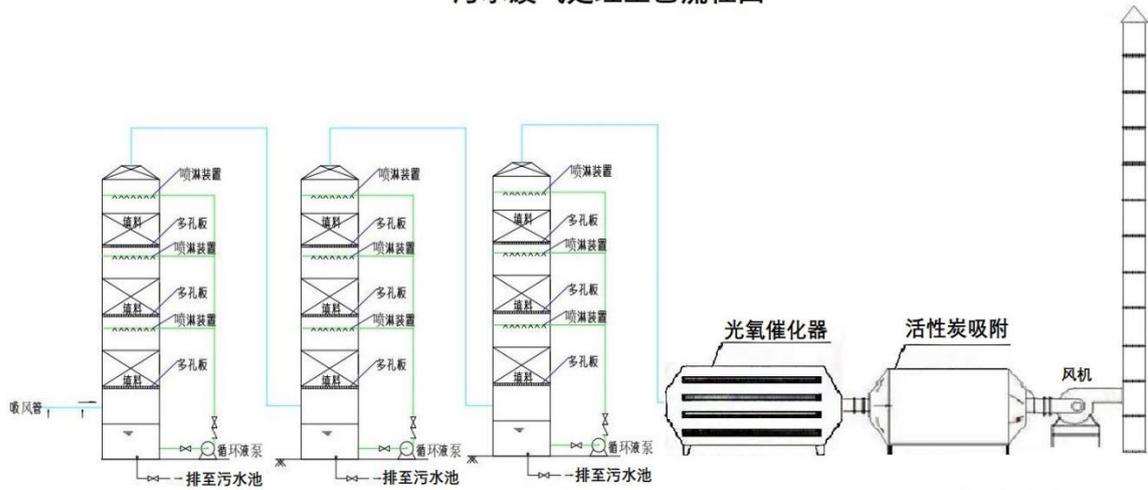
一车间废气处理工艺流程图



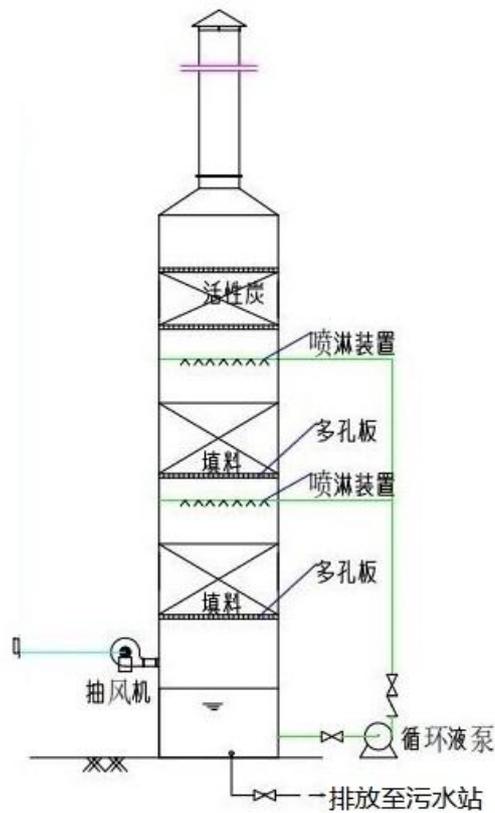
二车间废气处理工艺流程图



污水废气处理工艺流程图



罐区废气治理工艺流程图



3. 监测内容

3.1 监测点位布设

全公司/全厂污染源监测点位、监测因子及监测频次见表 1。

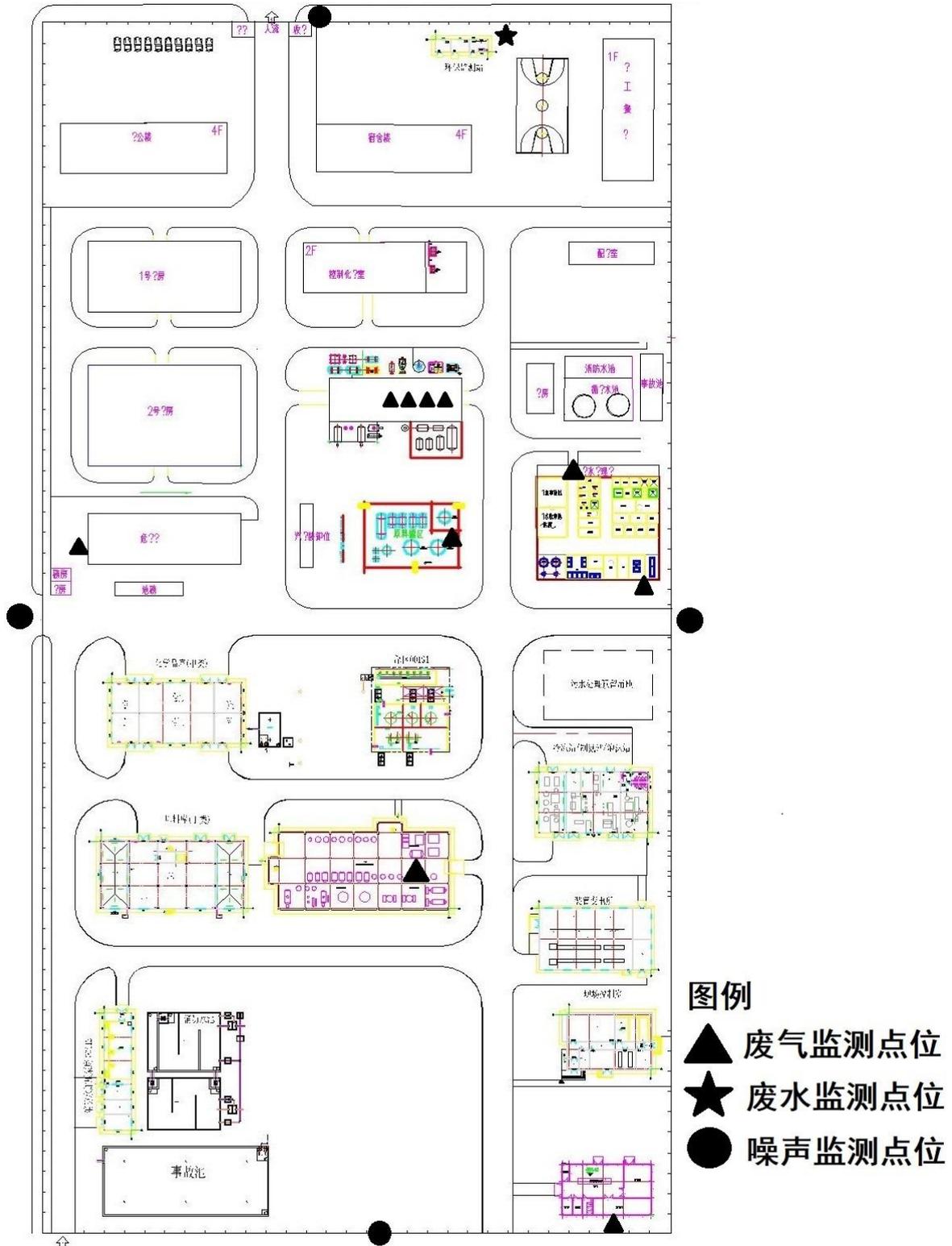


表 1 全厂污染源点位布设

污染源类型	排污口编号	排污口位置	监测因子	监测方式	监测频次	备注
废气	FQ-DA001	一车间楼顶	氨	手工监测	1次/半年	
			非甲烷总烃	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA002	一车间楼顶	氨	手工监测	1次/半年	
			非甲烷总烃	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA003	一车间楼顶	氯化氢	手工监测	1次/半年	
			氨	手工监测	1次/半年	
			甲醇	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA004	一车间楼顶	甲苯	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA005	污水处理站	臭气浓度	手工监测	1次/半年	
			氨	手工监测	1次/半年	
			硫化氢	手工监测	1次/半年	
			非甲烷总烃	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA006	一期原料罐区	氯化氢	手工监测	1次/年	
			甲醇	手工监测	1次/年	
	FQ-DA007	污水处理站	氨	手工监测	1次/半年	
	FQ-DA009	危废库	非甲烷总烃	手工监测	1次/季	
	FQ-DA010	二车间楼顶	氯化氢	手工监测	1次/半年	
甲苯			手工监测	1次/半年		
甲醇			手工监测	1次/半年		
颗粒物			手工监测	1次/半年		
非甲烷总烃			手工监测	1次/半年		

废水	WS-DW001	公司东北角	PH 值	手工监测与自动监测相结合	1 次/季	
			化学需氧量	手工监测与自动监测相结合	1 次/季	
			氨氮	手工监测与自动监测相结合	1 次/季	
			总磷	手工监测与自动监测相结合	1 次/季	
			总氮	手工监测与自动监测相结合	1 次/季	
			悬浮物	手工监测	1 次/季	
			五日生化需氧量	手工监测	1 次/季	
			色度	手工监测	1 次/季	
			挥发酚	手工监测	1 次/季	
			总有机碳	手工监测	1 次/季	
无组织废气	上风向	——	甲醇	手工监测	1 次/半年	
			氯化氢	手工监测	1 次/半年	
			氨	手工监测	1 次/半年	
			硫化氢	手工监测	1 次/半年	
			甲苯	手工监测	1 次/半年	
			非甲烷总烃	手工监测	1 次/半年	
			颗粒物	手工监测	1 次/半年	
			臭气浓度	手工监测	1 次/半年	
	下风向 1#	——	甲醇	手工监测	1 次/半年	
			氯化氢	手工监测	1 次/半年	
			氨	手工监测	1 次/半年	
			硫化氢	手工监测	1 次/半年	
			甲苯	手工监测	1 次/半年	

			非甲烷总烃	手工监测	1次/半年		
			颗粒物	手工监测	1次/半年		
			臭气浓度	手工监测	1次/半年		
	下风向 2#	---		甲醇	手工监测	1次/半年	
				氯化氢	手工监测	1次/半年	
				氨	手工监测	1次/半年	
				硫化氢	手工监测	1次/半年	
				甲苯	手工监测	1次/半年	
				非甲烷总烃	手工监测	1次/半年	
				颗粒物	手工监测	1次/半年	
				臭气浓度	手工监测	1次/半年	
				下风向 3#	---		
	氯化氢	手工监测	1次/半年				
	氨	手工监测	1次/半年				
	硫化氢	手工监测	1次/半年				
	甲苯	手工监测	1次/半年				
	非甲烷总烃	手工监测	1次/半年				
	颗粒物	手工监测	1次/半年				
	臭气浓度	手工监测	1次/半年				
	厂界噪声	厂界东	---	噪声	手工监测	每季度一次	排污口编号 为厂界噪声 监测点位
		厂界南	---	噪声	手工监测		
厂界西		---	噪声	手工监测			
厂界北		---	噪声	手工监测			

3.2 监测分析方法、仪器

监测分析方法、依据及仪器见表2。

表2 监测分析方法、依据和仪器

监测因子		监测分析方法	方法来源	检出限	监测仪器	
					名称	型号
废水	pH 值	水质 pH 的测定 电极法	HJ 1147-2020	/	DZB-712 便携式多参数分析仪	HJ-401/2025.05 .08
	化学需氧量	水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法	HJ 828-2017	4	50mL 四氟滴定管 (棕)	QJ-601/2025.07 .14
	氨氮	水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法	HJ 535-2009	0.025	UV5 紫外可见分光光度计	GP-024/2025.03 .11
	总磷	钼酸铵分光光度法	GB/T 11893-1989	0.01	UV5 紫外可见分光光度计	
	总氮	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法	HJ 636-2012	0.05	UV5 紫外可见分光光度计	
	悬浮物	水质 悬浮物的测定 重量法	GB/T 11901-1989	4mg/L	电子天平	SQP 电子天平 /FZ-364//2025.03.11
	五日生化需氧量	水质 五日生化需氧量(BOD5)的测定 稀释与接种法	HJ 505-2009	0.5mg/L	恒温恒湿箱、溶解氧测量仪	MP516 溶解氧测量仪 /HJ-185/2025.03.11 BPS-100CL 恒温恒湿箱 /FZ-365/2025.03.11
废气	氨 (有组织)	环境空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法	HJ 533-2009	0.25mg/m ³	大流量烟尘 (气) 测试仪	YQ3000-D 型
					多路烟气采样器	ZR-3714
					可见分光光度计	V1800 可见分光光度计 /GP-024/2025.03.11

氯化氢 (有组织)	环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法	HJ 549-2016	0.2 mg/m ³	自动烟尘(气)测试仪、	崂应 3012 型
				智能双路烟气采样管	崂应 3072 型
				废气氯化氢采样装置	ZR-D21 型
				离子色谱仪	881 Compact IC pro 离子色谱仪 /SP-065/2026.0 7.29
甲醇(有组织)	固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法	HJ/T 33-1999	0.1mg/ m ³	智能双路烟气采样管	崂应 3072 型
				自动烟尘(气)测试仪	崂应 3012 型
				气相色谱仪	Trace1310 气相色谱仪 (FID) /SP-045/2026.1 0.24
臭气浓度	环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法	HJ 1262-2022	/	自动烟尘(气)测试仪	崂应 3072 型
甲苯	环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法	HJ 584-2010	1.5× 10-3 mg/m ³	气相色谱仪	Trace1310 气相色谱仪 (FID)/SP-045/2026.10.24
低浓度颗粒物 (有组织)	固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法	HJ 836-2017	1.0mg/ m ³	电子天平 /恒温恒湿称重系统	PX85ZH 电子天平 /FZ-360NVN-900 恒温恒湿称重系统/FZ-356
总悬浮颗粒物 (无组织)	环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法	HJ 1263-2022	7 μg/m ³	电子天平 /恒温恒湿称重系统	PX85ZH 电子天平 /FZ-360
非甲烷总烃 (有组织)	固定污染源废气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 气相色谱法	HJ 38-2017	0.07mg/ m ³	气相色谱仪	GC9790 II 气相色谱仪 (FID)/SP-035/2026.05.07
硫化氢 (有组织)	《空气和废气监测分析方法》(第四版 增补版) 第五篇 第	《空气和废气监测分析方法》(第四版	0.001m g/m ³	V1800 可见分光光度计	UV5 紫外可见分光光度计 /GP-024/2025.0 3.11

		四章 十(三) 硫化氢 亚甲蓝 分光光度法	增补版)		自动烟尘(气) 测试仪	崂应 3012 型
					智能双路烟气 采样管	崂应 3072 型
	硫化氢 (无组 织)	《空气和废气 监测分析方法》 (第四版增补 版)(第三篇 第 一章 十一、硫 化氢)	《空气和 废气监测 分析方法》 (第四版 增补版)	0.001m g/m ³	可见分光光度 计	V1800 可见分光 光度计 /GP-024/2025.0 3.11
					MH1205 型恒温 恒流大气/颗 粒物采样器	MH1205 型恒温恒 流大气/颗粒物 采样器
	氨(无组 织)	环境空气和废 气 氨的测定 纳氏试剂分光 光度法	HJ 533-2009	0.01mg /m ³	恒温恒流大气 /颗粒物采样 器	MH1205 型恒温恒 流大气/颗粒物 采样器
					可见分光光度 计	UV5 紫外可见分 光光度计 /GP-024/2025.0 3.11
	氯化氢 (无组 织)	环境空气和废 气 氯化氢的测 定 离子色谱法	HJ 549-2016	0.02 mg/m ³	恒温恒流大气 /颗粒物采样 器	MH1205 型恒温恒 流大气/颗粒物 采样器
					离子色谱仪	IC 6210 离子色 谱仪 /SP-065/2026.0 7.29
	甲醇(无 组织)	固定污染源排 气中甲醇的测 定 气相色谱法	HJ/T 33-1999	2mg/m ³	便携式个体采 样器	崂应 3072 型
					气相色谱仪	Trace1310 气相 色谱仪 (FID)/SP-045/2 026.10.24
噪 声	厂界噪声	工业企业厂界 环境噪声排放 标准	GB 12348-200 8	/	多功能声级计	AWA6221A 一级声 校准器 /HJ-354/2025.0 3.07

3.3 排放执行标准

各污染因子排放限值标准表 3。

表 3 各污染因子排放标准限值

污染物类别	监测点位	污染因子	执行标准	标准限值	单位
废气	T3001 尾气处理塔	氨	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	20	mg/m ³
		非甲烷总烃		60	mg/m ³
	T3002 尾气处理塔	氨	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	20	mg/m ³
		非甲烷总烃		60	mg/m ³
	T3003 尾气处理塔	甲醇	DB61-T 1061-2017 挥发性有机物排放控制标准	60	mg/m ³
		氯化氢	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	30	mg/m ³
		氨		20	mg/m ³
	T3004 尾气处理塔	甲苯	GB 31571-2015 石油化学工业污染物排放标准	15	mg/m ³
	T3005 尾气处理塔	甲醇	DB61-T 1061-2017 挥发性有机物排放控制标准	60	mg/m ³
		氯化氢	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	30	mg/m ³
	T3006 氨氮吹脱塔	氨	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	20	mg/m ³
	T3008 尾气处理塔	氨	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	20	mg/m ³
		硫化氢		5	mg/m ³
		非甲烷总烃		60	mg/m ³
		臭气浓度	GB 14554-1993 恶臭污染物排放标准	2000	无量纲
	T3009 尾气处理塔	氯化氢	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	30	mg/m ³
		非甲烷总烃		60	mg/m ³
		颗粒物		20	mg/m ³
		甲苯	GB 31571-2015 石油化学工业污染物排放标准	15	mg/m ³
		甲醇		50	mg/m ³
T3010 尾气处理塔	非甲烷总烃	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	60	mg/m ³	
厂界	氨	GB 14554-1993 恶臭污染物排放标准	1.5	mg/m ³	
	臭气浓度		20	无量纲	
	硫化氢		0.06	mg/m ³	
	氯化氢	GB 37823-2019 制药工业大气污染物排放标准	0.2	mg/m ³	

		颗粒物	GB 16297-1996 《大气污染物综合排放标准》	1	mg/m ³
		甲苯		2.4	mg/m ³
		甲醇		12	mg/m ³
		非甲烷总烃	DB61-T 1061-2017 挥发性有机物排放控制标准	3	mg/m ³
废水	污水总排口	化学需氧量	GB 8978-1996 污水综合排放标准（三级）	500	mg/L
		五日生化需氧量		300	mg/L
		悬浮物		400	mg/L
		PH		6-9	/
		总有机碳	/	mg/L	
		氨氮	GB/T 31962-2015 污水排入城镇下水道水质标准（B级）	45	mg/L
		总磷		8	mg/L
		总氮		70	mg/L
		色度		64	倍
		挥发酚		1	mg/L
厂界噪声	厂界	昼间噪声	GB12348-200 工业企业厂界环境噪声排放标准	65	dB(A)
		夜间噪声		55	dB(A)

4. 质量保证与质量控制措施

4.1 实验室能力认定

委托有资质的环境监测机构——陕西科仪阳光检测技术服务有限公司开展手工监测项目，营业执照及资质证书详见附件。

4.2 监测人员质量保证

监测技术人员（现场采样人员、实验室分析人员、报告编制人员等）均经过公司组织的专业技能培训，并按照《环境监测人员持证上岗考核制度》要求进行考核合格后持证上岗，质量部对技术人员实行人员监督管理，各部门不定期组织人员培训和人员考核。

4.3 监测技术的规范性

废气监测平台、监测断面和监测孔的设置均符合《固定污染源烟气排放连续监测技术规范》（HJ75-2017），《固定源废气监测技术规范》（HJ/T 397-2007）等的要求，同时按照《水污染源在线监测系统运行技术规范》（HJ 355-2019）对自动监测设备进行校准与维护。监测技术方法选择首先采用国家标准方法，在没有国标方法时，采用行业标准方法或国家环保部推荐方法。

4.4 试剂耗材质量保证

检测分析所用试剂、耗材的性能、规格均符合对应分析标准要求。现场采样部和实验室分别对本部门申购的每批次试剂、耗材进行性能核查，质控部对核查结果进行验收结果登记，并根据验收结果维护供货商信息。试剂、耗材储存于专用柜/架中，并做出入库和领用登记。

4.5 监测质量保证措施

- 1) 加强法律法规、标准规范、监测分析基础、质量控制、应急监测、《质量管理手册》环保法律法规、职业道德规范等各岗位所需的相关知识和文件，及水质监测的业务学习。
- 2) 定期对污水处理系统的各组成部分进行维护、维修与保养，一般将其分为现场值班人员的日常维护、技术人员的检修和仪器供应商的现场维护，我公司采用人员对比法、盲样对比法等方法，确保质量控制措施。
- 3) 规定技术人员持证上岗制度、工作人员岗位责任制、日常运行维护制度、现场巡检制度、系统运行和值班记录制度、运转情况及故障报告制度等规章制度，在日常的运行管理中逐步完善各项规

章制度，使系统的运行管理走向规范化、制度化。

- 4) 合理布设监测点，保证各监测点位布设的科学性和可比性。采样人员遵守采样操作规程，认真填写采样记录，按规定保存、运输样品。同时，监测方法均采用国家标准或生态环境部颁发的分析方法，监测人员经考核持证上岗。所有监测仪器、量具均经过质检部门检定合格并在有效期内使用。
- 5) 严格执行监测方案。认真如实填写各项自行监测记录及校验记录并妥善保存记录台账，包括采样记录、样品保存、分析测试记录、监测报告等。
- 6) 公司成立环保领导小组，公司各相关专业负责人为工作小组成员，负责对公司环保设施运行、维护和技术改造的管理。环保设施与主设备同等管理，动力部负责生产与环保设施的安全、环保运行管理，安环部负责环保设施的维护和技改管理，确保公司环保设施正常达标运行。

4.6 采样及样品保存与运输

- 1) 核查企业生产工况、生产负荷、生产时间、环保设施运行情况，并做好现场核查记录。
- 2) 根据污染源生产设施的运行工况、污染物排放方式及排放规律、相关排放标准、污染物排放浓度和监测分析方法的最低检出浓度合理确定每次采样的持续时间和间隔时间，以保证样品的代表性和分析的准确性。
- 3) 现场应及时清理采样管，减少样品沾污。将采样头装入组合式采

样管，压紧固定，防止漏气；采样结束，从管道抽出采样管时不得倒置，取下采样头，用堵套塞好采样嘴，将采样头放入防静电的密封袋内。放入样品箱保存。

- 4) 采样结束时，应认真检查样品的外观，确认样品不存在污染和缺损等不正常现象，否则应重新采样。
- 5) 样品采集后应尽快运送实验室分析，并根据监测目的、监测项目和监测方法的要求，参考相应的技术规范或分析方法的要求在样品中加入保存剂。
- 6) 样品运输过程中应避免日光照射，并置于 4℃冷藏箱中保存，气温异常偏高或偏低时还应采取适当保温措施。
- 7) 水样装箱前应将水样容器内外盖盖紧，对装有水样的玻璃磨口瓶应用聚乙烯薄膜覆盖瓶口并用细绳将瓶塞与瓶颈系紧。
- 8) 同一采样点的样品瓶尽量装在同一箱内，与采样记录或样品交接单逐件核对，检查所采水样是否已全部装箱。
- 9) 装箱时应用泡沫塑料或波纹纸板垫底和间隔防震。
- 10) 运输时应有押运人员，防止样品损坏或受沾污。

4.7 样品交接质量控制

(1)现场采样员将样品送到实验室后，样品管理员与送样人员同时清点核实样品，样品清点核实内容主要包括：

- ①样品包装、标签是否完好；
- ②对照采样记录单检查样品名称、采样地点、样品数量、形态等是否一致；
- ③当样品有异常或对样品是否适合监测有疑问时，及时向送样人

员或采样人员询问，并记录有关说明及处理意见。经符合性检查无误后，样品管理员和送样人均进行签字确认。

(2)样品时效性保证

对于样品时效性较短的检测项目，样品管理员应在样品交接结束后，第一时间通知实验室主任，让其安排项目对应分析人员到样品暂存间领取样品，并由实验室主任负责监督分析人员在规定时效期内完成样品的前处理和分析任务。

4.8 实验分析质控

实验室内部质控措施包括空白试验、定量校准、准确度控制、精密度控制等。分析测试方法对质控措施有规定的，按分析测试方法的规定进行。分析方法无规定的按以下要求执行。

1) 空白测试控制

每批次样品分析时，应进行空白试验。每批样品或每 20 个样品应至少做 1 次空白试验。空白样品分析测试结果一般应低于方法检出限。若空白样品分析测试结果低于方法检出限，可忽略不计；若空白样品分析测试结果略高于方法检出限但比较稳定，可进行多次重复试验，计算空白样品分析测试结果平均值并从样品分析测试结果中扣除；若空白样品分析测试结果明显超过正常值，实验室应查找原因并采取适当的纠正和预防措施，并重新对样品进行分析测试。

2) 定量控制：

采用校准曲线法进行定量分析时，一般应至少使用 5 个浓度梯度的标准溶液（除空白外），覆盖被测样品的浓度范围，且最低点浓度应接近方法测定下限的水平。制备标准系列和校准曲线应与样品测

定同时进行，求出校准曲线的回归方程，计算相关系数。分析测试方法有规定时，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，校准曲线相关系数要求为 $r > 0.999$ 。连续进样分析时，每分析测试 20 个样品，应测定一次校准曲线中间浓度点，确认分析仪器校准曲线是否发生显著变化。分析测试方法有规定的，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，无机检测项目分析测试相对偏差应控制在 10% 以内，有机检测项目分析测试相对偏差应控制在 20% 以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新分析测试该批次全部样品。校准曲线的使用效果依赖于各种因素，如实验条件的改变、试剂的更新或溶液配置及测量仪器的稳定性等。因此必须在每次分析样品的同时，同步绘制校准曲线。

3) 精密度控制

每批次样品分析时，每个检测项目（除挥发性有机物外）均须做平行双样分析，在每批次分析样品中，应随机抽取 5% 的样品进行平行双样分析；当批次样品数 < 20 时，应至少随机抽取 1 个样品进行平行双样分析。

4) 准确度的控制

4.9 数据与记录审核质量控制

严格执行《记录控制程序》，所有监测数据必须在工作当时予以记录，不允许事后补记和追记，以保证数据的真实有效。原始数据记录必须经三级(监测人员、复核人员和部门负责人)审核并签字，确保数据的真实性。

4.10 报告编制与审核质量控制

严格执行《记录控制程序》，所有监测数据必须在工作当时予以记录，不允许事后补记和追记，以保证数据的真实有效。原始数据记录必须经三级(监测人员、复核人员和部门负责人)审核并签字，确保数据的真实性。

5. 监测结果公示

5.1 公示时限

- 1) 企业基础信息和数据一并公布，基础信息、自行监测方案如有调整变化，于变更后 5 日内公布最新内容；
- 2) 手工监测数据于每次监测完成后的十五日内公布，自动监测数据实时公布监测结果；
- 3) 每年一月底前公布上年度自行监测年度报告。

5.2 公示方式、内容

对外公开方式：全国排污许可证管理信息平台 公开端

(<https://permit.mee.gov.cn/perxxgkinfo/syssb/xkgg/xkgg!licenseInformation.action>)；

公布内容：企业名称、排放口及监测点位、监测结果、监测时间、执行标准及排放限值等。