

DB43

湖 南 省 地 方 标 准

DB43/T 969—2014

污染源排放废水锰、铅、镉在线监测系统 技 术 规 范

Technical Specifications for Wastewater On-line Monitoring System
of Manganese, Lead and Cadmium

2014-11-27 发布

2015-01-01实施

湖 南 省 环 境 保 护 厅
湖 南 省 质 量 技 术 监 督 局

发 布

目 次

前言 II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 系统组成..... 2

5 系统性能要求..... 3

6 系统建设要求..... 5

7 系统调试与试运行..... 5

8 系统技术验收..... 8

9 日常运行质量保证..... 9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1、HJ 565—2010 给出的规则起草。

本标准由湖南省环境保护厅提出并归口。

本标准起草单位：湖南省环境监测中心站、力合科技（湖南）股份有限公司、聚光科技（杭州）股份有限公司、长沙华时捷环保科技发展有限公司、湖南慧正环境科技发展有限公司。

本标准主要起草人：黄钟霆、郭卉、罗岳平、邢宏霖、张艳、申田田、赵华朝、王静、王强、邹霖、彭锐、易文杰。

本标准由湖南省环境保护厅、湖南省质量技术监督局 2014 年 11 月 27 日批准。

本标准自 2015 年 1 月 1 日起实施。

污染源排放废水锰、铅、镉在线监测系统技术规范

1 范围

本规范规定了污染源排放废水锰、铅、镉在线监测系统中监测站房和仪器设备的技术要求，系统的安装、验收以及运行与考核技术要求。

本规范适用于湖南省污染源排放废水锰、铅、镉在线监测系统中监测站房的建设，在线监测仪（以下简称“仪器”）的安装、验收与运行考核。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2423.1 电工电子产品环境试验

GB 6587.1 电子测量仪器环境试验

GB/T 7470 水质 铅的测定 双硫脲分光光度法

GB/T 7471 水质 镉的测定 双硫脲分光光度法

GB 7475 水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 11906 水质 锰的测定 高碘酸钾分光光度法

GB/T 11911 水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB 17214.1 工业过程测量和控制装置 工作条件 第1部分：气候条件

HJ/T 212 污染源在线自动监控（监测）系统数据传输标准

HJ/T 344 水质 锰的测定 甲醛肟分光光度法

HJ/T 353 水污染源在线监测系统安装技术规范（试行）

HJ/T 354 水污染源在线监测系统验收技术规范（试行）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

锰、铅、镉废水在线监测系统 Wastewater On-line Monitoring System of Manganese, Lead and Cadmium

锰、铅、镉废水在线监测系统由监测站房、流量计、取水单元、自动在线监测仪、数据采集传输仪及相关辅助设施等组成。

3.2

锰、铅、镉废水在线监测仪 Wastewater On-line Monitoring of Manganese, Lead and Cadmium
安装在锰、铅、镉废水污染物排放企业，用于自动监测锰、铅、镉废水排污状况的仪器。

3.3

监测站房 Monitoring room

用于锰、铅、镉废水在线监测系统设施安装的专门用房。

3.4

调试 Commissioning

锰、铅、镉废水在线监测系统安装完成后，至少连续运行 72 小时，在技术验收前对锰、铅、镉废水在线监测仪进行校准和校验的行为。

3.5

试运行 Trial operation

锰、铅、镉废水在线监测系统完成安装、调试后，必须累计连续正常运行 30 天。

3.6

技术验收 Technology Acceptance

对已完成安装、调试、试运行的锰、铅、镉废水在线监测系统进行比对监测和联网验收。

3.7

比对监测 Comparision Testing

对日常运行的锰、铅、镉废水在线监测系统技术性能指标进行不定期的抽测。

3.8

联网验收 Acceptance

对所安装的锰、铅、镉废水在线监测系统通讯稳定性、准确性，传输安全性、准确性，联网准确性等进行验收。

3.9

校准 Calibration

用零点校准液和标准物质分别对锰、铅、镉废水在线监测仪进行零点和量程上限值 80% 的检测，以校正仪器测量曲线。

3.10

校验 Check

用国家有证标准样品对锰、铅、镉废水在线监测仪检测结果进行准确度测试。

4 系统组成

锰、铅、镉废水在线监测系统由监测站房、采水单元、排放参数（流速、流量、水温等）子系统、在线监测仪、系统控制及数据采集子系统组成，即在线监测仪能依靠有关的采样、样品处理及分析、信号转换器、显示记录、数据处理、信号传输等单元，通过采样方式或非采样方式，测定污染源各类污染物浓度；同时测定废水温度、流速或流量、采样分析体积等参数；计算污染物排放变化率、排放量；显示和打印各种参数、图表，并通过数据、图文传输系统传输至管理部门。

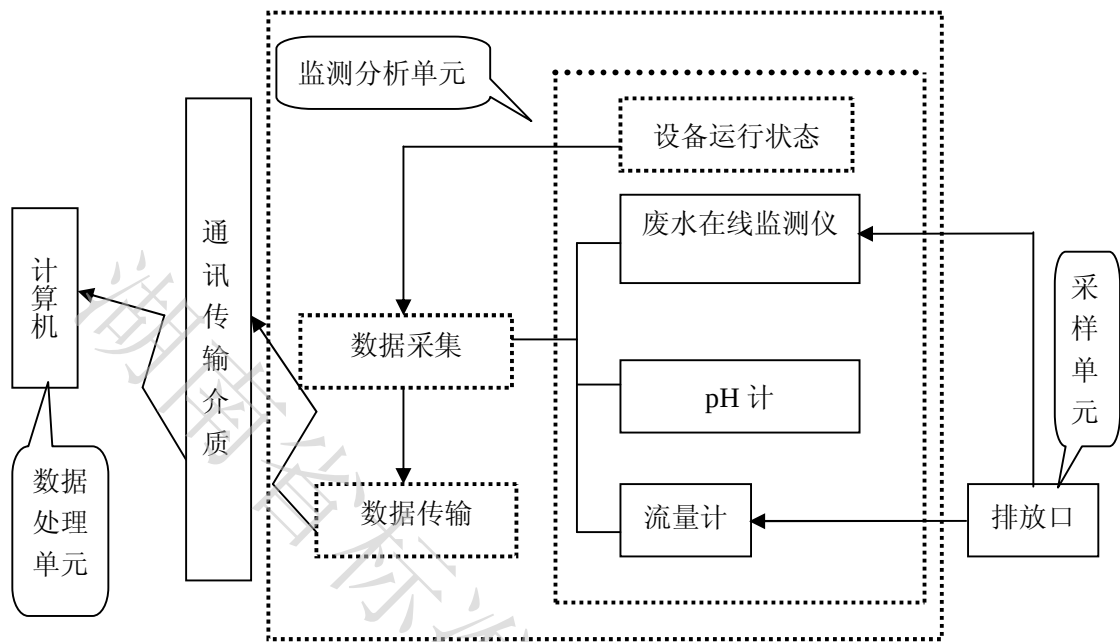


图 1 锰、铅、镉废水在线监测系统组成图

锰、铅、镉废水在线监测仪测量方法主要有电化学方法和分光光度法两种，仪器的基本组成如图 2 所示。

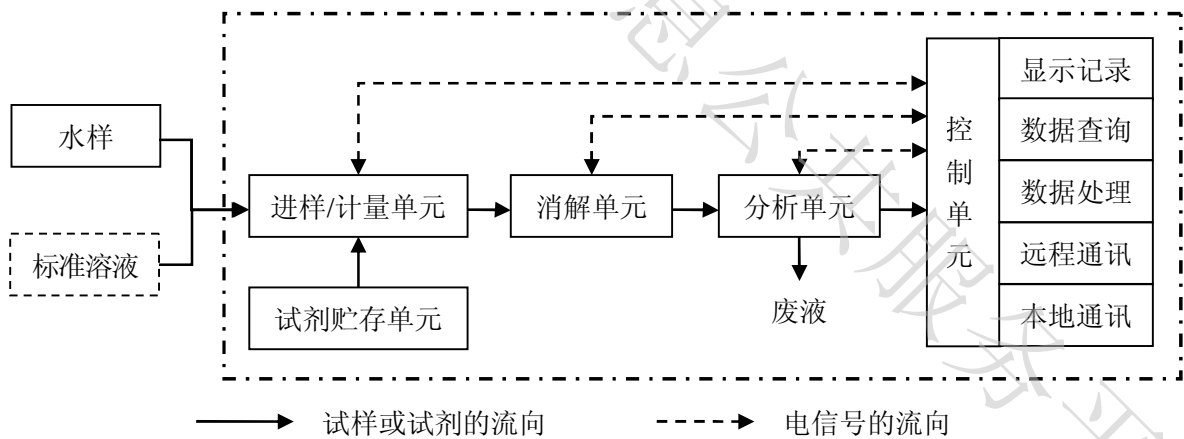


图 2 锰、铅、镉废水在线监测仪基本组成单元

5 系统性能要求

5.1 环境条件

仪器设备在以下环境条件下应能正常工作。

- 5.1.1 环境温度：5~45℃
- 5.1.2 相对湿度：≤90%
- 5.1.3 大气压：86~106KPa
- 5.1.4 pH 值范围：pH 4~10

5.2 供电电压

5.2.1 电源电压：交流电压（ 220 ± 22 ）V

5.2.2 电源频率：（ 50 ± 0.5 ）Hz

5.3 安全要求

5.3.1 在 $10 \sim 35^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $\leq 85\%$ 条件下，仪器电源引入线与机壳之间的绝缘电阻应小于 $20\text{M}\Omega$ 。

5.3.2 仪器应设有漏电保护装置，防止工作人员触电。

5.3.3 仪器应有良好的接地措施，防止雷击对仪器造成损坏。

5.4 仪器技术要求

5.4.1 仪器应有产品铭牌，铭牌上标注仪器名称、型号、生产单位、出厂编号、制造日期等信息。

5.4.2 仪器的各零部件连接可靠，表面无明显缺陷，各操作部分使用灵活，定位准确。

5.4.3 仪器各显示部分的刻度、数字清晰，涂色牢固，不应有影响读数的缺陷。

5.4.4 仪器外壳或外罩应耐腐蚀，密封性能良好，并防尘、防雨。

5.4.5 仪器应具有时间设定、校对、显示等功能。

5.4.6 仪器应具有显示实时数据、存储历史数据等功能。

5.4.7 仪器应具有限值报警和报警信号输出功能。

5.4.8 数据处理系统应具有数据和运行日志采集、存储、处理、显示、输出等功能，应存储至少 12 个月的原始数据和运行日志，并具备二级操作管理权限（系统管理员和一般操作人员）。

5.4.9 仪器应具有异常信息（缺试剂报警和超标报警等）反馈功能，宜采用声光电等方式报警。

5.4.10 意外断电且再度通电或故障修复后，仪器应能自动排出系统内残存的水样、标准溶液、试剂等，经自动清洗后，复位到重新开始测定的状态。

5.4.11 仪器应具有对进样/计量、消解和分析等单元的自动清洗功能。

5.4.12 应提供控制单元通讯协议，且满足 HJ/T 212 的要求。

5.4.13 应具备对不同测试数据添加维护（M）、故障（D）、校验（C）等标识的功能。

5.4.14 锰、铅、镉废水在线监测仪的准确度、零点漂移、量程漂移、定量下限等性能指标，应满足表 1 的规定。

表 1 锰、铅、镉废水在线监测仪的主要性能指标及要求

仪器类型	性能指标	性能要求
镉废水在线监测仪	仪器量程	$0.005 \sim 1 \text{ mg/L}$
铅废水在线监测仪		$0.05 \sim 5 \text{ mg/L}$
锰废水在线监测仪		$0.2 \sim 25 \text{ mg/L}$
镉废水在线监测仪 铅废水在线监测仪 锰废水在线监测仪	准确度	$\pm 10\%$
	零点漂移	$\pm 5\% \text{FS}$
	量程漂移	$\pm 10\% \text{FS}$
	重复性	$\pm 5\%$
	分析时间	$\leq 45 \text{ min}$
	平均无故障运行时间	$\geq 720 \text{ h/次}$
镉废水在线监测仪	定量下限	$\leq 0.005 \text{ mg/L}$
铅废水在线监测仪		$\leq 0.05 \text{ mg/L}$
锰废水在线监测仪		$\leq 0.2 \text{ mg/L}$

6 系统建设要求

6.1 监测站房要求

- 6.1.1 站房的使用面积应根据主体仪器和辅助设备的外型尺寸、平面布置以及合理的操作空间等因素确定，最少不得低于 $2 \times 3\text{m}^2$ 。
- 6.1.2 监测站房应尽量靠近采样点，与采样点的距离不宜超过 20m。
- 6.1.3 监测站房与取样点的垂直落差应不大于 5 m。
- 6.1.4 监测站房应做到专室专用。站房内应安装合适的恒温恒湿设备，环境温度、相对湿度和大气压应符合 GB17214.1—1998 的相关要求。
- 6.1.5 监测站房内应安装有安全合格的配电设备，能提供不小于 5 kW 的电力负荷。同时配置稳压电源。
- 6.1.6 电源引入线应使用照明电源，严禁使用动力电源；电源接地线应牢固，并有明显标志。
- 6.1.7 监测站房内应安装合格的给、排水设施，以及使用自来水进行清洗的装置，监测站房内应有完善规范的接地装置、避雷措施和防止人为破坏的设施。
- 6.1.8 监测站房内应配备灭火器箱、手提式二氧化碳灭火器、干粉灭火器或沙桶等灭火器材。
- 6.1.9 监测站房不能位于通讯盲区，并与周边环境、设施互不影响。
- 6.1.10 仪器和设备正面操作距离应大于 1.5m；仪器和设备侧面间距或距墙应不小于 0.5m，当需要维修测试时，距墙不应小于 0.8m。

6.2 排放口要求

排放口要求参照标准 HJ/T 353、HJ/T 354 的相关要求。

6.3 采水单元的技术要求

- 6.3.1 工作温度： $-10^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3.2 应具备采样管空气反吹或自动清洗功能。
- 6.3.3 采样头的设置应防止堵塞。
- 6.3.4 采样头宜设有 10~20 目的过滤网，防止漂浮物堵塞采样管路。
- 6.3.5 采水管道宜埋地铺设，当横穿马路时，应使用金属套管保护。
- 6.3.6 采样头应设置在水面下 30cm 处，离水槽底部 2cm 以上，采水口应避免受到充氧和水底污泥的影响。
- 6.3.7 采水管应配备足够的活动接头，以防止堵塞，并方便检修。

7 系统调试与试运行

7.1 系统调试

- 7.1.1 在现场完成锰、铅、镉废水在线监测系统的安装、初试后，应对该套系统进行调试，调试期间连续运行的时间不得少于 72 小时。
- 7.1.2 因排放源故障或锰、铅、镉废水在线监测系统故障造成调试中断，在排除故障或恢复系统正常运行后，重新开始调试，调试连续运行时间不得少于 72 小时。

7.2 系统试运行

- 7.2.1 试运行期间，锰、铅、镉废水在线监测系统连续正常运行不得少于 30 天。试运行可在调试结束

后立即进行，也可延期进行。

7.2.2 因排放源故障或供电造成试运行中断，在排放源或锰、铅、镉废水在线监测系统恢复正常运行后，重新开始试运行，试运行累计时间不得少于 30 天。

7.2.3 锰、铅、镉废水在线监测系统发生故障而造成试运行中断，在系统恢复正常运行后，重新开始试运行，且累计连续试运行时间不得少于 30 天。

7.3 调试与试运行报告

7.3.1 锰、铅、镉废水在线监测系统调试与试运行报告应包括以下内容：准确度、零点漂移、量程漂移、定量下限、重复性的测试结果。

7.3.2 现场设备的操作记录、维护记录、巡检记录以及管理制度等资料。

7.3.3 监测机构出具的联网证明。

7.4 调试与试运行检测方法

7.4.1 准确度

仪器分别对高低浓度的两个标准溶液连续测定 6 次，其中低浓度标准溶液的浓度为国家规定的排放标准限值的 50% 左右；高浓度标准溶液的浓度为接近国家规定的排放标准限值。分别计算两个标准溶液 6 次测定平均值与已知标准溶液浓度的相对误差，取两个标准溶液相对误差的最大值作为标准溶液考核的判定值。

$$Re = \frac{\bar{x} - C}{C} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Re ——标准溶液的相对误差，%；

$\bar{x}$ ——标准溶液测定值的平均值；

C ——标准溶液的浓度。

7.4.2 零点漂移

采用零点校正液，连续测定 24h。利用该时间段内的初期零值（最初的 3 次测定值的平均值），计算最大变化幅度相对于仪器所在量程上限的百分率。

$$d_z = \frac{\text{Max}\{C_i - C_0\}}{R} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

d_z ——零点漂移；

C_0 ——初始零值；

C_i ——零点校正液测量值；

$\text{Max}\{C_i - C_0\}$ ——测量值与初始零值之间差值的最大值；

R ——仪器所在量程上限。

7.4.3 量程漂移

采用 80%满量程校正液，于零点漂移试验前后分别测定 3 次，分别计算仪表指示值的平均值。由零点漂移前后测试值的平均值减去初期零值后的变化幅度，求出相对于仪器所在量程的百分率。

$$d_s = \frac{(\bar{E} - C') - (\bar{D} - C_0)}{R} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

d_s ——量程漂移；

$\bar{D}$ ——初始量程值；

$\bar{E}$ ——漂移后量程校正液测量值；

C_0 ——初始零值；

C' ——零点漂移后最后三次分析仪零点校正液测量值的平均值；

R ——仪器所在量程上限。

7.4.4 定量下限

仪器重复测量浓度为测量定量下限浓度值 50%的标准溶液 7 次，根据公式计算标准偏差，所得标准偏差的 10 倍为仪器的定量下限。

计算方法见公式（4）和（5）。

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$LOQ = 10 \times S \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

S —— 7 次测定值的标准偏差；

LOQ ——定量下限；

n ——测定次数；

x_i —— 第 i 次测定值；

$\bar{x}$ ——7 次测定结果的平均值。

7.4.5 重复性

仪器测定测量范围上限 20%的标准溶液，连续测定 6 次，计算 6 次测定值的相对标准偏差，以该相对标准偏差作为精密度的判定值。

$$S_r = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}{\bar{x}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

S_r ——仪器的精密度；

n ——测定次数；

x_i ——第 i 次测定值；

$\bar{x}$ ——6 次测定结果的平均值。

8 系统技术验收

铅、镉废水在线监测系统技术验收由比对监测和联网验收两部分组成。

8.1 系统验收基本要求

技术验收应准备如下材料：

- 1) 锰、铅、镉废水在线监测系统设施基本情况表和验收申请书；
- 2) 仪器设备说明书、货物验收清单、工程设计图与施工图；
- 3) 系统安装调试与试运行报告；
- 4) 管理制度。包括仪器设备操作、使用和维护规程、岗位责任制、定期校验制度、设备故障预防处理制度等。

8.2 比对监测验收

锰、铅、镉废水在线监测系统完成安装、调试、试运行后，可向环境保护行政主管部门申请比对监测验收。比对监测验收包括仪器质控样考核测试和实际水样测试。验收期间不允许对锰、铅、镉废水在线监测系统进行零点和量程校准、维护、检修或调试。

8.2.1 质控样考核

采用国家认可的质控样，分别用量程范围内两种浓度的质控样进行考核，一种为接近实际浓度的样品，另一种为超过相应排放标准浓度的样品。每种样品至少测定 2 次，质控样测定的相对误差应不大于标准值的 10%。

8.2.2 实际水样比对监测

采集实际水样，用在线监测仪器与国家标准方法进行实际水样比对试验。比对试验过程中，应保证锰、铅、镉废水在线监测仪与国标法测量结果组成一个数据对，并至少获得 6 个测定数据对，计算实际水样比对试验相对误差。相对误差值应有 80% 达到本标准实际水样比对试验验收指标。

水样相对误差计算方法见公式 (7)。

$$A = \frac{X_i - \bar{B}}{\bar{B}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

A ——实际水样测定值的相对误差；

X_i ——仪器测定水样的测定值；

$\bar{B}$ ——实验室国标方法测定水样的测定值。

比对验收测试结果必须符合表 2 规定的技术要求。

表 2 锰、铅、镉废水在线监测仪验收性能指标要求

仪器类型	性能指标	性能要求
镉废水在线监测仪	实际水样比对监测	实际水样浓度 $\leq 0.01\text{mg/L}$ 时，绝对误差 $\leq \pm 0.003\text{mg/L}$
		$0.01\text{mg/L} < \text{实际水样浓度} \leq 0.05\text{mg/L}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 30\%$
		$0.05\text{mg/L} < \text{实际水样浓度}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 15\%$
铅废水在线监测仪	实际水样比对监测	实际水样浓度 $\leq 0.1\text{mg/L}$ 时，绝对误差 $\leq \pm 0.015\text{mg/L}$
		$0.1\text{mg/L} < \text{实际水样浓度} \leq 0.5\text{mg/L}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 30\%$
		$0.5\text{mg/L} < \text{实际水样浓度}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 15\%$
锰废水在线监测仪	实际水样比对监测	实际水样浓度 $\leq 0.5\text{mg/L}$ 时，绝对误差 $\leq \pm 0.15\text{mg/L}$
		$0.5\text{mg/L} < \text{实际水样浓度} \leq 2\text{mg/L}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 30\%$
		$2\text{mg/L} < \text{实际水样浓度}$ 时，比对检测误差 $\leq \pm 15\%$

8.3 联网验收

8.3.1 通信的稳定性

数据采集传输仪和上位机之间的通信稳定，不出现经常性的通信连接中断、报文丢失、报文不完整等通信问题。

8.3.2 数据传输的安全性

为了保证监测数据在公共数据网上传输的安全性，所采用的数据采集传输仪，在需要时可以按照 HJ/T 212 规定的加密方法进行加密处理传输，保证数据传输的安全性。

8.3.3 通信协议的正确性

采用的通信协议应符合 HJ/T 212 的相关要求。

8.3.4 数据传输的正确性

系统运行一个月后，任取其中不少于 7 天的数据进行检查，要求上位机接收的数据和数据采集传输仪采集和存储的数据一致；同时检查在线监测仪器显示的测定值、数据采集传输仪采集并存储的数据和上位机接收的数据，这三个环节的实时数据应保持一致。

8.3.5 联网的稳定性

在连续一个月内，系统能稳定运行，不出现除通信稳定性、通信协议正确性、数据传输正确性以外的其他联网问题。

9 日常运行质量保证

锰、铅、镉废水在线监测系统日常运行质量保证是保证在线监测系统正常稳定运行、持续提供有效

数据的手段。当在线监测系统无法满足技术指标时，应及时采取纠正措施，并缩短下一次校准、维护和校验的间隔时间。

9.1 定期校准、校验

对锰、铅、镉废水在线监测系统定期进行定期校准、校验时应做到：

- 1) 具有自动校准功能的仪器，每隔一定时间自动校准一次仪器零点和量程；
- 2) 手动校准的仪器，至少每 30 天用校准液进行零点和量程校准；
- 3) 在线监测仪至少每 7 天用校准液进行校准；
- 4) 在线监测仪至少每 1 个月用国家有证标准样品进行校验；
- 5) 在线监测仪至少每 3 个月进行一次实际水样比对；
- 6) 在线监测系统关键部件维修、更换后，必须重新进行校验监测。

9.2 定期比对监测

9.2.1 有关责任单位应每季度对在线监测仪器进行一次比对监测并编写比对监测报告，内容主要包括质控样测试考核与实际水样比对监测结果。

9.2.2 质控样测试考核采用国家认可的质控样，严格按照规定方法测定一次，质控样测定的相对误差不超过标准值的 $\pm 10\%$ 。

9.2.3 采集实际水样，用在线监测仪器与国际标准方法进行实际水样比对试验。比对试验过程中，应保证锰、铅、镉废水在线监测仪与国标法测量结果组成一个数据对，至少获得 3 个测定数据对，计算实际水样比对试验相对误差。其中 2 对实际水样比对试验结果误差应在本标准规定的限值内。

9.3 定期监督核查

9.3.1 应由有资质的监测机构对运营单位管理的锰、铅、镉废水在线监测系统每年进行一至二次抽检及检测，内容主要包括实际水样比对监测和质控样考核，以及对运行数据和日常运行记录的审核检查等。

9.3.2 环境保护有关部门应对运营单位管理的锰、铅、镉废水在线监测系统日常运行记录、日常维护记录、检修记录及仪器检定证书、校准记录和仪器设备台账进行监督检查，定期审核运营单位上报的在线监测系统监测数据。