

# 《二噁英类监测技术规范》

(征求意见稿)

## 编制说明

《二噁英类监测技术规范》标准编制组

二〇一五年十一月

# 目 录

<b>1 项目背景 .....</b>	<b>38</b>
1.1 任务来源 .....	38
1.2 工作过程 .....	38
<b>2 标准制定的必要性分析 .....</b>	<b>39</b>
2.1 二噁英类的环境危害.....	39
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	44
<b>3 国内外相关标准研究 .....</b>	<b>48</b>
3.1.国内相关标准研究 .....	48
3.2 国外相关标准研究.....	51
<b>4 标准制订的基本原则和技术路线 .....</b>	<b>55</b>
4.1 标准制订的基本原则.....	55
4.2 适用范围 .....	56
4.3 技术路线 .....	56
<b>5 标准研究报告 .....</b>	<b>58</b>
5.1 适用范围.....	58
5.2 规范性引用文件.....	58
5.3 术语和定义 .....	58
5.4 方法原理 .....	59
5.5 监测技术程序 .....	59
5.6 监测技术要求 .....	60
5.7 质量保证和质量控制措施.....	73
5.8 结果表示 .....	74

# 《二噁英类监测技术规范》编制说明

## 1 项目背景

### 1.1 任务来源

为适应国家经济社会发展和环境保护工作的需要,进一步完善国家环境保护标准体系,环境保护部下发了《关于开展 2013 年度国家环境保护标准项目实施工作通知》(环办函[2013]154 号),要求按照《国家环境保护标准制修订工作管理办法》(环保总局公告 2006 年第 41 号)的有关要求,完成《二噁英监测技术规范》制订任务及相关技术性工作,项目统一编号为:2013-35,承担单位为中国环境监测总站,参加单位为环境保护部华南环境科学研究所、浙江省环境监测中心和湖北省环境监测中心站。

### 1.2 工作过程

(1) 成立标准编制小组,查询国内外相关标准和文献资料,完成开题报告的编写

2013 年 5 月环境保护部正式向中国环境监测总站下达了《二噁英监测技术规范》的编制任务,中国环境监测总站接到任务后即成立了技术规范编制组,小组成员包括有多年从事二噁英监测分析研究经验的人员和目前从事该项目分析的人员,专门承担此项标准的制订工作,并于 2013 年 5 月 9 日组织编制组成员召开了技术规范编制启动会,深入研究了国内外相关二噁英监测技术要求进展和相关质量标准与排放标准情况,结合我国环境监测的实际情况确定了标准制订技术路线和工作方案,形成《二噁英监测技术规范》标准草案,同时编写了开题论证报告,落实任务实施要求和进度。

(2) 开题论证,确定标准制定的技术路线和制定原则

2013 年 5 月 9 日,标准编制组成员召开了技术规范编制启动会,讨论了《二噁英监测技术规范》制订相关问题和技术规范框架结构,进一步明确了技术规范制订任务分工、实施要求和时间安排。

2013 年 11 月 11 日~14 日,标准编制组在北京召开了《二噁英监测技术规范》开题准备会,会议上对该技术规范编制技术要点、可行性等进行了深入的探讨和论证,分析了与其他相关标准文件或技术规范的衔接。

2014 年 2 月 28 日,由环境保护部科技标准司在北京组织召开了本标准的开

题论证会，与会专家通过质询、讨论，认为标准编制单位提供的材料齐全、内容详实完整；编制单位对国内外相关标准及文献进行了充分调研；编制标准的技术路线合理、可行。同时提出具体修改意见。论证意见主要有：将标准名称修改为：《二噁英类监测技术规范》；修改标准适用范围，应突出该标准对二噁英监测行为的规范与指导作用；标准的框架及内容进行合理调整和补充，避免重复方法标准的相关内容。编制组根据专家意见对本技术规范进行了修改完善。

### （3）编写标准征求意见稿和编制说明

2014年9月25日，由中国环境监测总站在北京组织召开《二噁英类监测技术规范》编制内容咨询会，主要针对本技术规范文本内容进行了详细讨论，对关键性技术环节如样品点位的布设要求，与国内现有相关技术规范相关内容的衔接进行了明确，同时确定了固体废物监测技术要求需单独成节，会后编制组根据会议意见对文本进行修改完善，确定了标准制定的技术路线。《二噁英类监测技术规范》主要针对三大类介质，分别为土壤、沉积物和固体废物，环境空气和废气，水和废水。

2014年9月至2015年10月，编制组在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料以及专家论证意见的基础上，依据实验方案，对方法主要研究内容做了细致的研究和探讨，针对国内对二噁英监管和监测技术的需求，分析现有技术规定和标准中存在的尚需完善的内容，结合实际应用需要和工作经验，汇总建立一套包含不同介质的二噁英类监测技术规范。内容涉及国内外二噁英类监测技术的评估、不同介质二噁英类监测技术关键点和难点、应涵盖的二噁英监测相关内容、分析方法要求等，重点对不同介质二噁英样品的采集点位和采样工况要求、采样仪器设备技术指标要求、监测流程及质量控制和质量保证等方面进行阐述，做到科学、明确、具体、合理，适用性和可操作性强，能满足相关环保标准和环保工作的需要。重新明确和修订了标准制定的原则、主要内容、技术路线和具体的实验方案。形成《二噁英类监测技术规范》（征求意见稿）和编制说明。

## 2 标准制定的必要性分析

### 2.1 二噁英类的环境危害

#### 2.1.1 二噁英类的基本理化性质

二噁英类污染物是多氯代二苯并对二噁英（PCDDs）和多氯代二苯并呋喃

(PCDFs) 的总称, 共 210 种化合物, 是氯代三环芳香化合物, 由于氯原子取代数目和位置不同, 构成了 75 种 PCDD 和 135 种 PCDF。在 210 种二噁英类污染物中, 有 17 种物质其 2,3,7,8 位全部被氯原子取代, 具有毒性当量, 被认为对人类健康有较大危害, 其中 2,3,7,8 四氯代二苯并对二噁英 (2,3,7,8-TCDD) 是目前已知化合物中毒性最大且动物实验表明其具有强致癌性。二噁英类毒性当量因子见表 2-1, 分子式见图 2-1。

表 2-1 17 种 PCDD/Fs 单体毒性当量因子

监测项目	I-TEF	WHO2005-TEF	监测项目	I-TEF	WHO2005-TEF
2378-TCDF	0.1	0.1	OCDF	0.001	0.0003
12378-PeCDF	0.05	0.03	2378-TCDD	1	1
23478-PeCDF	0.5	0.3	12378-PeCDD	0.5	1
123478-HxCDF	0.1	0.1	123478-HxCDD	0.1	0.1
123678-HxCDF	0.1	0.1	123678-HxCDD	0.1	0.1
234678-HxCDF	0.1	0.1	123789-HxCDD	0.1	0.1
123789-HxCDF	0.1	0.1	1234678-HpCDD	0.01	0.01
1234678-HpCDF	0.01	0.01	OCDD	0.001	0.0003
1234789-HpCDF	0.01	0.01	/	/	/

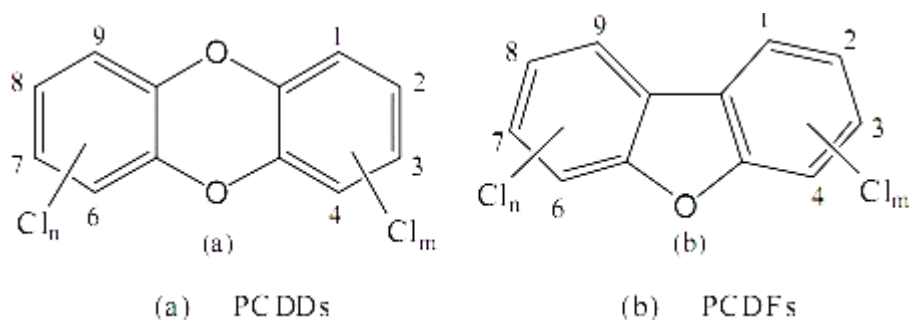


图 2-1 二噁英分子结构

世界卫生组织(WHO)于 1997 年修改二噁英毒性当量因子(TEF), 并将共平面多氯联苯(Co-PCBs)也纳入了二噁英类的范畴。鉴于目前我国各项标准均未考虑 Co-PCBs 分析, 故本规范中暂未涉及相关内容。

二噁英类化合物在室温下呈无色结晶固体, 是亲脂性化合物, 易于在生物体内积累; 熔点较高, 分解温度大于 700℃, 极难溶于水, 可溶于大部分有机溶剂。在阳光的照射下会极缓慢的分解并产生有害物质, 在酸性和碱性条件下比较稳

定。在环境中比较稳定，并且进入生物体内就难以排出，随食物链逐级富集，最终危害人类健康。

### 2.1.2 二噁英类的环境危害

二噁英类物质是持久性有机污染物（POPs）的《斯德哥尔摩公约》中最重要的一类化合物。二噁英类污染物是人类生产生活过程中无意产生的副产物，主要来源于废物焚烧、钢铁和其它金属生产、发电和供热、矿物产品生产、交通、非受控燃烧过程、生产和使用化学品以及消耗品、废物处理过程等，因此不可能通过禁止生产或者使用方式来消除二噁英。二噁英类污染物具有很强的亲脂性和难生物降解性，性质稳定，实验表明低浓度的二噁英类物质就能对动物表现出致死效应，2378-TCDD 对天竺鼠(guinea pig)的半致死剂量(LD50)为 1 pg/kg，是迄今为止发现的最具致癌潜力的物质。在土壤中降解的半衰期为 12 年，气态二噁英在空气中光化学分解的半衰期为 8.3 天。它们能在环境中长时间积累，通过大气和水体长距离迁移，并沉积和分散在整个环境介质中，如大气、水体、土壤、沉积物、固体废弃物等以及植物体中，因此二噁英类几乎存在于全球生态系统所有的环境介质中，并有可能在脂肪组织中进行生物积累和生物放大，这也是为什么在北极地区陆地、淡水和海水生态系统，某些迁移性鸟类和哺乳动物生态系统内检出二噁英类的原因。

二噁英类污染物对人体的暴露途径主要有摄入被污染的食物、水、吸入含二噁英的空气或直接皮肤接触 3 种，其中通过食品摄入二噁英比例占 90%~95%，鱼、家禽及其蛋、乳肉是最容易被污染的食品。人体暴露在很低浓度的二噁英环境中，引起皮肤痤疮、头痛、失眠、忧郁、失聪、内分泌紊乱、生殖及免疫功能失调等。1991~1994 年美国环保局曾进行了一项全面的调查评估以确定了二噁英类的不良影响，研究结果表明二噁英类不仅具致癌、致畸、致突变的“三致”毒性，而且还具有神经、生殖、内分泌和免疫毒性，显著增加癌症死亡率，还会降低人体免疫能力，导致对感染和癌症的抵抗力下降，也影响正常荷尔蒙分泌。从职业暴露和工业事故受害者身上得到一些二噁英类对人体毒性数据及临床表现可知，暴露在含有 PCDD/Fs 的环境中，可引起皮肤痤疮、头痛、失聪、忧郁、失眠等症，并可能导致染色体损伤、心力衰竭、癌症等，其最大危险是具有不可逆的致畸、致癌、致突变毒性。二噁英污染事件时有发生：1961 年至 1971 年越

战时期美国在越南北部的森林中喷洒了大量的含有高浓度二噁英的除草剂，造成大批人员中毒，且导致该地区畸形及残疾儿童增多；1976年6月意大利 Seveso 的一家工厂发生二噁英泄露，致使约4万人暴露于二噁英环境中，急性中毒约450人；1998年德国发现从巴西进口的饲料柑橘浆中含有二噁英，由于该柑橘浆主要用于乳牛饲料，造成德国部分乳产品含有二噁英；1999年5月27日比利时公布了比国鸡肉和鸡蛋含超量二噁英，主要起因为鸡饲料中含有二噁英。当受了二噁英污染的动物或鱼类被人类食用后就会导致人体对高水平二噁英的摄入，从而威胁人类的健康，鉴于此二噁英被世界卫生组织作为新的环境污染物列入全球环境监测计划食品部分的监测对象名单，在2001年又被列入《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》中首批受控的持久性环境污染物之一，之后对于二噁英类化合物监控和防治削减成为各国环境政策研究的重点任务。该公约要求每个缔约国对各国二噁英排放量现状及排放趋势进行评估，编制排放源清单，并采取措​​施以减少二噁英人为来源的排放总量。

我国是履行 POPs 公约的缔约国，在2004年，我国学者以联合国环境规划署（UNEP）发布的《鉴别及量化二噁英类排放标准工具包》（以下简称工具包）为指导，兼顾文献数据和部分排放源的实际监测数据，汇总并计算了中国各行业二噁英排放量。根据调查研究结果可知，我国2004年各类排放源二噁英类排放总量为10.2kgTEQ，主要排放源为金属生产、发电和供热及废物焚烧，这三类排放源贡献量合计占到了总排放量的81%。为了更好的履行 POPs 公约，在上述研究的基础上，环保部污染防治司2006年起又组织开展了全国持久性有机污染物状况调查项目，筛选确定了二噁英类重点排放行业，并通过持续监测，研究修订及细化主要行业二噁英排放因子，同时开展国控重点二噁英排放源抽测任务，掌握二噁英重点排放源运行现状，目前成果还在整理汇总中。

由于排放的二噁英类污染物可以各种途径进入了全球各地区的大气、土壤和水体中，因此研究源的同时，各国学者也对土壤、水系沉积物和污染场地的二噁英含量水平进行了研究，尤其将建立二噁英污染场地清单列为具体目标之一。

土壤是生态环境重要组成部分，但在各类环境要素中，土壤又是污染物最终受体，大量水、气污染陆续转化为土壤污染。近年世界各国在土壤管理和污染控制方面都进行大量的工作，我国也加大了对土壤环境的污染状况掌握和控制力度，2006年原国家环保总局组织实施的“全国土壤环境现状调查工作”，对全

国范围内土壤中主要污染物含量水平进行摸底调查；2008年环境保护部出台《关于加强土壤污染防治工作的意见》，而随着城市化进程的加快，原工业企业搬迁停产后遗留的污染场地所带来的环境和生态安全问题也逐渐突显，2011年3月环境保护部原则上通过了《污染场地土壤环境管理暂行办法》；2013年全国政协十二届常委会第二次会议上，土壤污染防治又成为焦点话题，因此防治土壤污染，保障食品安全，保护人民健康，刻不容缓。另一方面随着科技的进步，人们认知渠道的拓宽和认知程度的提升，土壤二噁英污染逐渐被人们所关注和警惕。

监测二噁英类排放源周边土壤环境二噁英含量水平不仅可了解该区域土壤环境质量现状，也可间接摸清该排放源对周边环境影响程度，是目前环境管理的需求之一；农田土壤与人们的健康息息相关，目前由于化肥等的使用不当或者受周边环境影响，二噁英污染也不容忽视。其次虽然二噁英不易溶于水，但是水体中的二噁英类比较容易富集在沉积物中，而随着地表径流将含有二噁英的土壤带进水体，最终也沉积于沉积物中，因此监测沉积物对于了解水体二噁英污染状况和过程也具有重要意义。

另一方面随着工业化的快速发展，我国的工业固体废物产生量逐年增加，排放绝对量也较大，根据中国资源综合利用协会统计，目前我国工业固体废物堆存量达100亿吨，利用率只有50%左右，因此固体废物排放和堆存造成的污染事故和损失相对较严重。随着固体废物的产生以及所带来的环境问题受到广泛的关注，近年世界各国在固体废物管理和污染控制方面都开展了大量的工作。我国也加大了对固体废物污染控制力度，2005年4月1日，《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》开始施行，原国家环境保护总局出台了《废弃危险化学品污染环境防治办法》等相关规定；2006年原国家环境保护总局又出台了《大中城市固体废物污染防治信息发布导则》，“十二五”期间许多省市陆续制定了固体废物污染防治规划。目前国家已将工业固体废物排放量作为污染物排放量总量控制指标之一，从尾部控制转变为全过程控制是发展的必然趋势，而含二噁英类的固体废物是其中一种，因此为了控制和监测固体废物中的二噁英排放，有效监督和控制工业固体废物的污染，也需有针对性的制订与之相配套的固体废物二噁英类监测技术方法。

综上所述，为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，加强对土壤、沉积物及



含二噁英的固体废物中二噁英类的污染控制和环境管理与监测，保护生态环境，保障人民健康，改善环境质量，以现有工作经验为基础，制定本监测技术规范，使相关监测体系系统化、标准化和科学化，并具有可操作性。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

### 2.2.1 相关环保工作的需要

2010年11月，九部委联合发布《关于加强二噁英污染防治的指导意见》提出二噁英污染防治的路线图和时间表，要在京津冀、长三角、珠三角等重点区域开展二噁英排放总量控制试点工作。到2015年，我国建立比较完善的二噁英污染防治体系和长效监管机制，重点行业二噁英排放强度降低10%，基本控制二噁英排放增长趋势。今后在审批建设项目环境影响评价文件时要充分考虑二噁英削减和控制要求，将二噁英作为主要特征污染物逐步纳入有关行业的环境影响评价中。加强新建、改建、扩建项目竣工环境保护验收中二噁英排放监测，确保按要求达标排放，从源头控制二噁英产生。《关于加强二噁英污染防治的指导意见》提出，要完善二噁英排放申报登记和信息上报制度。排放二噁英的企业和单位应至少每年开展一次二噁英排放监测，并将数据上报地方环保部门备案。根据《意见》要求，各地要加强对二噁英重点排放源的监督性监测和监管核查，对未按规定和要求实施控制措施的排放源，限期整改。所在地环保部门应对废弃物焚烧装置排放情况每两个月开展一次监督性监测，对二噁英的监督性监测应至少每年开展一次。

针对《关于加强二噁英污染防治的指导意见》国家环保部以环办函（2010）661号文件下发了国家二噁英重点排放源监测方案，对污染源排放的废气以及污染源周边环境空气中空气、土壤、水等介质中二噁英进行监测。

### 2.2.2 国际履约的需要

在国际履约方面，基于二噁英类的环境危害性，联合国环境规划署将其污染问题列为全球重大环境问题之一，并列入《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（以下简称 POPs 公约）中首批受限的污染物。该公约要求每个缔约国对各国二噁英排放量现状及排放趋势进行评估，编制排放源清单，并采取措施以减少二噁英人为来源的排放总量。我国是履行 POPs 公约的缔约国，在完成上述目标外，也将对含有二噁英的污泥的监测以及建立二噁英污染场地清单列为具体目标之一。

### 2.2.3 相关环保标准的要求

根据各行业二噁英的排放和污染状况，近年来我国也陆续出台了一系列相关标准和法规。在 1999 年和 2000 年实施的《危险废物焚烧污染控制标准》（GWKB 2-1999）和《生活垃圾焚烧污染控制标准》（GWKB 3-2000）首次将二噁英类作为污染控制目标，其后在陆续发布的《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB 18918-2002）、《水泥工业大气污染物排放标准》（GB 4915-2004）以及《制浆造纸工业水污染物排放标准》（GB3544-2008）中都规定了二噁英类的排放限值。我国已经颁布的相关污染排放控制标准详见表 2-2。

表 2-2 我国现有二噁英类控制标准限值表

分类	标准名称	二噁英限值
排放 标准	火葬场大气污染物排放标准（GB 13801—2015）	遗体火化 0.5ng-TEQ/m <sup>3</sup> 祭品焚烧 1.0 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	危险废物焚烧污染控制标准（GB18484-2001）	0.5 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	石油化学工业污染物排放标准（GB 31571-2015）	0.1 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	再生铜、铝、铅、锌工业污染物排放标准（GB 31574-2015）	0.5 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	生活垃圾焚烧污染排放标准（GB18485-2014）	0.1 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	钢铁烧结和球团工业大气污染物排放标准（GB 28662-2012）	0.5-1.0 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	炼钢工业大气污染物排放标准（GB28664-2012）	0.5-1.0 ng-TEQ/m <sup>3</sup>
	城镇污水处理厂污染物排放标准（GB18918-2002）	100 ng -TEQ/kg(干污泥)
	生活垃圾填埋污染物控制标准（GB16889-2008）	3 ng-TEQ/g
	制浆造纸工业水污染物排放标准（GB3544-2008）	30 pg-TEQ/L
	燃油式火化机大气污染物排放限值(GB 13801)	0.5 ng-TEQ/m <sup>3</sup>

目前的环境监测管理中，二噁英类的环境标准体系有待逐步完善。由于二噁英类分析是一种超痕量的分析方法，技术复杂、分析浓度低、步骤多，时间长，难度大、费用高，因此对分析人员、试剂材料、仪器设备、分析环境和实验室管理等各方面都有严格的要求。目前针对各种环境介质中二噁英的监测技术，尚没有一个统一技术要求，都是沿用现有的监测技术规范，但现有的技术规范涉及到

的监测项目主要为常规监测项目，提及到的特殊污染物也只是原则性的界定，在分析方法选用方面主要给出了监测项目分析方法选择原则，未提及二噁英类监测项目，对二噁英类样品所需采样工具、采样准备、布点与样品容量、样品采集、样品流转、样品制备、样品保存、分析测定直到质量保证和质量控制等环节方面技术要点，样品制备方式、样品保存、分析技术以及质量控制和管理要求作出详尽和专属的规定，可操作性不高，针对性不强。各实验室之间分析能力及实验室分析数据良莠不齐，急需建立针对环境监测的统一技术要求。

随着我国环境保护发展的深入，监测二噁英类的污染源的种类和数量还有进一步扩展的趋势，对二噁英类污染的监测及监督管理提出了更高的要求。目前，国内已经建成了近四十余家二噁英实验室。由于没有二噁英类的监测技术规范，对各实验室的采样方法和采样仪器没有一个规范性的技术指标要求，无法规范各个监测的采样期间工况要求、采样点位、采样体积以及采样的质量控制要求，使得各个实验室监测结果之间的可比性相对较差。如果采集的环境样品不具有代表性，样品分析过程的质量得不到充分的保证，将不能反映被监测对象的真实情况，会导致管理和决策层面的错误判断，这样也造成大量监测成果的浪费，使得耗费巨资的监测数据无法反映我国的实际二噁英排放和污染情况。因此，建立二噁英类物质的监测技术规范，对二噁英污染的防治和监控有重要意义。

目前主要存在问题集中在一下几个方面。一是环境领域中进行二噁英监测的实验室所采用的分析方法存在较大差异，有些实验室选用国标、有些实验室参照 USEPA1613、EN1948 及 JISK0311 等方法，实验室之间没有形成统一的分析步骤和规范，因此造成各实验室获得二噁英监测数据可比性较差，特别是部分商业实验室存在质量管理不严，监测水平较差的现象。二是分析人员业务水平不一。一般从事二噁英监测的人员，必须经过严格的岗前培训，了解有关二噁英类的基本知识和超痕量分析技术，重视实验过程中的质量管理措施，有较强的安全意识，经考核合格后方能上岗。三是实验室建设和管理参差不齐。二噁英实验室必须有合理的布局和分区，分析仪器室应与样制备实验室分离，二噁英类浓度差别较大的不同来源的样品应分区处理，以防止交叉污染。实验室必须保持较低的背景空白值，并定期监测。二噁英类分析实验室必须制定切实可行的规章制度，以保证仪器的正常运行、实验的规范操作、样品的正确处理、危险品和标准品的妥善保

管和使用、实验废物的正确保管和处置以及记录和文件的交接和及时存档等工作的顺利进行。四是数据的质量管理和质量控制尺度不一。二噁英监测技术属于超痕量监测，是否掌握二噁英监测技术已经成为一个分析实验室水平高低的标志。二噁英分析监测实验室必须通过相应单位资质认定或实验室认可，必须采取有效措施保证实验数据的客观、准确、公正。二噁英分析对样品采集的代表性，化学前处理的选择性、特异性和回收率，仪器测定的灵敏度、分离度、准确性、重复性及可靠性等方面都有较高的要求，并且要进行实验室间和实验室内的质量控制和保证。测定环境不同介质中二噁英必须具备的技术条件包括：有效的采样技术、从样品中提取出 10-12~10-15 量级的二噁英化合物、从提取液中分离去除干扰物化合物、高效分离二噁英异构体、可靠定性和准确定量以及安全防毒的实验条件等。实验室应针对二噁英分析、管理的各个步骤制定标准操作程序（SOP），分析人员应严格根据标准操作程序进行工作，并做好相关记录。

土壤是生态环境重要组成部分，但在各类环境要素中，土壤又是污染物最终受体，大量水、气污染陆续转化为土壤污染。近年世界各国在土壤管理和污染控制方面都进行大量的工作，我国也加大了对土壤环境的污染状况掌握和控制力度，2006 年原国家环保总局组织实施的“全国土壤环境现状调查工作”，对全国范围内土壤中主要污染物含量水平进行摸底调查；2008 年环境保护部出台《关于加强土壤污染防治工作的意见》，而随着城市化进程的加快，原工业企业搬迁停产遗留的污染场地所带来的环境和生态安全问题也逐渐突显，2011 年 3 月环境保护部原则上通过了《污染场地土壤环境管理暂行办法》；2013 年全国政协十二届常委会第二次会议上，土壤污染防治又成为焦点话题，因此防治土壤污染，保障食品安全，保护人民健康，刻不容缓！另一方面随着科技的进步，人们认知渠道的拓宽和认知程度的提升，土壤二噁英污染逐渐被人们所关注和警惕。

监测二噁英排放源周边土壤环境二噁英含量水平不仅可了解该区域土壤环境质量现状，也可间接摸清该排放源对周边环境影响程度，是目前环境管理的需求之一；农田土壤与人们的健康息息相关，目前由于化肥等的使用不当或者受周边环境影响，二噁英污染也不容忽视。其次虽然二噁英不易溶于水，但是水体中的二噁英类比较容易富集在沉积物中，而随着地表径流将含有二噁英的土壤带进水体，最终也沉积于沉积物中，因此监测沉积物对于了解水体二噁英污染状况和

过程也具有重要意义。

另一方面随着工业化的快速发展，我国的工业固体废物产生量逐年增加，排放绝对量也较大，根据中国资源综合利用协会统计，目前我国工业固体废物堆存量达 100 亿吨，利用率只有 50%左右，因此固体废物排放和堆存造成的污染事故和损失相对较严重。随着固体废物的产生以及所带来的环境问题受到广泛的关注，近年世界各国在固体废物管理和污染控制方面都开展了大量的工作。我国也加大了对固体废物污染控制力度，2005 年 4 月 1 日，《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》开始施行，原国家环境保护总局出台了《废弃危险化学品污染环境防治办法》等相关规定；2006 年原国家环境保护总局又出台了《大中城市固体废物污染防治信息发布导则》，“十二五”期间许多省市陆续制定了固体废物污染防治规划。目前国家已将工业固体废物排放量作为污染物排放量总量控制指标之一，从尾部控制转变为全过程控制是发展的必然趋势，而含二噁英类的固体废物是其中一种，因此为了控制和监测固体废物中的二噁英排放，有效监督和控制工业固体废物的污染，也需有针对性的制订与之相配套的固体废物二噁英类监测技术方法。为加强对水和废水、空气和废气、土壤、沉积物及含二噁英类的固体废物中二噁英类的污染控制和环境管理与监测，保护生态环境，保障人民健康，改善环境质量，以现有工作经验为基础，制定本监测技术规范，使相关监测系统化、标准化和科学化，并具有可操作性。

### 3 国内外相关标准研究

#### 3.1.国内相关标准研究

我国从 2001 年起，先后颁布了一系列分析方法标准和技术规范，见表 3-1 和表 3-2。但是在监测调查、布点、采样、样品保存和质量管理和质量控制方面，还是引用目前的技术规范，没有体现二噁英监测分析的特殊性，存在实际工作于规范脱节的问题，因此，目前急需对二噁英的监测分析制定相应规范性要求，从而完善在环境监测领域从标准-规范-分析方法一整套完善的技术体系。

表 3-1 我国二噁英类相关分析方法标准和技术规范

分析标准	水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.1-2008)	
	环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.2-2008)	

	固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.3-2008)	
	土壤和沉积物 二噁英类的测定同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.4-2008)	
特殊标准	销毁日本遗弃在华化学武器空气中二噁英类的测定同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法 (HJ/T215-2005)	
	销毁日本遗弃在华化学武器废气中二噁英类的测定同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法 (HJ/T124-2003)	
技术规范	危险废物集中焚烧处置工程建设技术规范 (HJ/T 176-2005)	要求监测频次不低于 1 次/yr 遵循 18484-2001
	医疗废物集中焚烧处置工程技术规范 (HJ/T 177-2005)	要求监测频次不低于 1 次/a 遵循 18484-2001
	危险废物(含医疗废物)焚烧处置设施二噁英排放监测技术规范 (HJ/T 365-2007)	对焚烧处置设施中二噁英排放监测的布点,采样,分析方法,质量控制,数据处理内容作了技术要求.
	危险废物集中焚烧处置设施运行监督管理技术规范(试行) (HJ/T 515-2009)	
	医疗废物集中焚烧处置设施运行监督管理技术规范(试行) HJ/T 516-2009	包括对烟气、周边土壤、环境空气中二噁英监测要求。
	危险废物(含医疗废物)焚烧处置设施性能测试技术规范 (HJ/T 561-2010)	
	废弃电器电子产品处理污染控制技术规范(试行)(HJ 527-2010)	

表 3-2 我国相关的技术规范

序号	类别	引用的相关技术规范	存在问题
1	水质分析	HJ 493 水质样品的保存和管理技术规定 HJ 494 水质采样技术指导 HJ 495 水质采样方案设计技术指导	包括样品前处理、分析仪器的选择和条件的设置、计算

		GB/T 14581 水质 湖泊和水库采样技术指导 HJ/T 52 水质 河流采样技术指导 HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范 HJ/T 92 水污染物排放总量监测技术规范 HJ/T 164 地下水环境监测技术规范	公示及对应的质量管理和控制措施
2	环境空气和废气	GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法 HJ/T 47 烟气采样器技术条件 HJ/T 48 烟尘采样器技术条件 HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范 HJ/T 365 危险废物(含医疗废物)焚烧处置设施二噁英排放监测技术规范	包括样品前处理、分析仪器的选择和条件的设置、计算公示及对应的质量管理和控制措施，样品点位布设，主要以常规烟尘烟气监测为主，数量多，针对性不强
3	固体废物	HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范	
4	土壤和沉积物	GB17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、储存与运输 GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析 HJ/T 166 土壤环境监测技术规范	监测项目主要为常规监测项目，布点样品容量确定上过于复杂，可操作性不高，在分析方法选用方面主要给出了不同类型的土壤监测和不同监测项目分析方法选择原则，未提及二噁英类监测项目，未对二噁英类土壤样品所需采样工具、样品制备方式、样品保存、分析技术以及质量控制和管理要求作出详尽和专属的规定，针对性不强。

我国环保部为了规范国内二噁英类的测定方法，于2009年4月1日起颁布实施了四项二噁英类的相关标准，涵盖了水和废水、环境空气和废气、土壤及固体废物等环境介质，具体标准名称、编号为：《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008）、《环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.2-2008）、《固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.3-2008）、《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高

分辨质谱法》(HJ 77.4-2008)。这四个标准均采用同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法。这些方法都是不同介质中的二噁英提取、净化及定性定量的方法,对样品中四至八氯代二苯并-对-二噁英(PCDDs)和二苯并呋喃(PCDFs)进行监测分析,对分析过程中的注意事项和流程都进行了详尽的描述,包括采样、样品提取、净化、仪器分析、数据处理和质量管理等方面的内容,介绍了实验材料、试剂、器具的情况,介绍了具体的样品处理步骤、仪器分析程序以及数据处理流程,并就质量控制和质量保证方面的内容都做了详细阐述。同时,相关标准方法还包括:《销毁日本遗弃在华化学武器空气中二噁英类的测定同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法》(HJ/T 215-2005)和《销毁日本遗弃在华化学武器废气中二噁英类的测定 同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法》(HJ/T124-2003)。

### 3.2 国外相关标准研究

二噁英类化合物分析的难点在于复杂的采样与分析过程。它属于痕量/超痕量多组分分析,要求方法有极高特异性,选择性和灵敏度。各国都投入大量的人力物力进行二噁英化合物的监测研究。二噁英的化学分析方法基本都气相色谱与质谱联用,采用气相色谱(GC)来分离,质谱(MS)进行定性、定量。化学分析法从高分辨气相低分辨质谱联用发展到同位素稀释高分辨气相色谱高分辨质谱联用法(HRGC/HRMS)。目前,HRGC/HRMS法成为世界各国共同认可准确的定性和定量的二噁英类化合物唯一方法。目前、欧美、日本、中国等国家均制定出系统完善环境二噁英的排放标准和有关监测分析方法,而且针对不同基质样品制定了不同的二噁英标准分析方法。这些标准分析方法包括:(1)欧洲标准化委员会(CEN)标准 ENI948(废气中二噁英采样分析方法);(2)日本工业标准 JISKO312(水中二噁英采样分析方法)、JISKO311(废气中二噁英采样分析方法)(3)美国EPA方法23A(废气中二噁英采样方法)、513(饮用水中2378-TCDD分析方法)、613(废水中2378-TCDD分析方法);(4)美国EPA方法TO-9(空气中二噁英采样分析方法);(5)美国EPA方法8280(低分辨分析不同介质中二噁英仪器分析方法)、8290(不同介质中二噁英HRGC-HRMS仪器分析方法);(6)美国EPA方法1613(不同介质中二噁英HRGC-HRMS分析方法)。近几年来,我国部分科研机构通过合作已经开始使用从国外引进的二噁英类生物监测方法,包括EROD、ELISA和基于报告基因的二噁英类生物监测等。在这些二噁英类的生



物监测方法中，EROD 是最早发展起来的，但是其灵敏度低，抗干扰性差等缺点限制了其应用的范围。虽然在一定程度上，ELISA 法比基于报告基因的二噁英类生物监测法有更高的特异性，但是该方法并不能如基于报告基因的二噁英类生物监测法一样给出样品的总毒性当量且使用成本昂贵、前处理复杂，这些大大限制了其应用。相比而言，基于报告基因的二噁英类生物监测有成本低、操作相对简单，且线性区域广、线性关系良好等诸多的优点；同时也是一个不断改进开放的体系。报告基因法通过对特定基因的重组、细胞信号通路的调节、以及生物分析系统参数的优化，显著提高了现有的生物分析方法的灵敏度和检出下限，成为国际上最为通用的二噁英类生物监测方法。

生物学方法与色谱学方法比较，虽然不能监测二噁英类化学物质的各个成分，但它简便、快速、费用低，基于 AhR 作用机制的生物方法综合了混合物中所有的反应和可能的各种异构体相互作用，能更准确地反映二噁英类化学物质对机体的影响，即可对被测样品中总的二噁英类毒性当量以及生物活性进行测量。这是由于二噁英类化学物质对芳香烃受体的联合作用，不都是相加作用，还有协同和拮抗作用。每种生物监测法最后的测定结果必须与化学监测法得到的结果进行相关分析，得出两者的换算系数，以便利用生物监测结果推算出化学监测的测量值。因此生物监测方法适合于大量样本的快速筛选和半定量测定。在常规的环境监测和特定条件下的监督性监测中，可以通过生物监测法筛选出阳性样品后，有选择性的采用 HRGC/HRMS 监测，这样不仅大大节省了成本，而且获得更具有环境意义的二噁英类数据，为正确评价二噁英类对人类健康的影响提供了技术支持。

1994 年 10 月，美国环保局（US EPA）颁布的 1613 方法（EPA METHOD1613），即高分辨气相色谱-高分辨质谱联用法（high resolution gas chromatography/high resolution massspectrometry, HRGC/HRMS）被各国公认为是二英监测最具权威的仲裁方法。此外欧洲的 EN 1948 方法和日本的 JIS K 0311 及 JIS K 0312 方法也是国际上认可度比较高的二英监测标准。这 3 种方法均采用同位素稀释 HRGC/HRMS 法，是目前能够保证特异性，选择性和灵敏度要求，并可以准确定量二噁英类化合物的方法。另外，国际组织和有关国家也建立了官方分析方法与指南。例如国际癌症研究中心（IARC），欧盟的卫生标准局，美

国环保局和美国食品和药品管理局 (FDA)，加拿大等也确立了各自的监测方法，部分国外有关二噁英类化合物分析标准见表 3-3。

表 3-3 国外二噁英类化合物分析标准

方法名称	国家	适用对象	监测目标	分析手段	方法特点
USEPA 1613	美国	水质，土壤，沉积物，污泥，组织样品	17 种 2,3,7,8 位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	类似于方法 8290，但是可以测定土壤、底泥、组织及其它样品中的 17 种二噁英类异构体，样品的前处理程序比较复杂；使用 17 种 <sup>13</sup> C 标记的 2,3,7,8-位氯代异构体内标，因此可以对 17 种 2,3,7,8-位氯代异构体单独定量，得到准确的毒性当量结果，并规定了严格的质量控制措施。
USEPA 0023A	美国	固定源排气	17 种 2,3,7,8 位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	针对污染源排放废气中二噁英类物质的采样方法及步骤。
USEPA 8290 (SW-846)	美国	固体和废弃物	17 种 2,3,7,8 位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	是 8280 方法的发展，主要差别是分析仪器使用了 HRGC/HRMS；DB-5 色谱柱，并用 DB-225 柱重复分离；内标使用 <sup>13</sup> C 或 <sup>37</sup> Cl 标记的 11 种异构体。最低检出限达到 10-12 以下。
日本土壤环境质量标准的制定	日本	土壤			对土壤样品的采集和保存和土壤样品的制备方面做了详细的阐述。
EPA : Soil Screening Guidance: User's Guide (1996)	美国	土壤			关于场地的监测采样做出了相关规定。
ISO 18073	国际标准化组织	水质，土壤，沉积物，污泥，组织	17 种 2,3,7,8 位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS 或 GC-MS	规定了 HRGC/HRMS 法分析水和废水（固体颗粒含量小于 1%）中 17 种 2,3,7,8-位取代的 PCDDs/PCDFs。
EN 1948	欧盟	固定源排气	17 种 2,3,7,8 位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	是对污染源排放废气中二噁英类物质的采样方法及步骤。

方法名称	国家	适用对象	监测目标	分析手段	方法特点
MOE 3418	加拿大	环境介质	17种 2,3,7,8位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	
JIS K0312	日本	工业废水和污水	17种 2,3,7,8位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	工业废水和污水中的二噁英类标准分析方法。
JIS K0311	日本	固定源排气	17种 2,3,7,8位取代 PCDD/Fs 及总异构体量	同位素稀释 HRGC/HRMS	
EPA 513	美国	饮用水	2,3,7,8-TCDD	同位素稀释 HRGC/HRMS	水样经提取，用酸碱改性硅胶柱、氧化铝柱以及 PX-21 活性炭柱净化，采用 HRGC/HRMS 分析；色谱柱为 SP2330 或 CP-sil-88；内标为 <sup>13</sup> C 标记的 2,3,7,8-T4CDD 和 1,2,3,4-T4CDD 以及 <sup>37</sup> Cl 标记的 2,3,7,8-T4CDD。
EPA 613	美国	工业废水和城市污水	2,3,7,8-TCDD	同位素稀释 HRGC/HRMS	最早的二噁英类分析方法标准。样品经萃取后，用氧化铝柱及硅胶柱净化；采用 SP-2330 色谱柱，LRMS 或 HRMS 分析；内标为 <sup>13</sup> C 或 <sup>37</sup> Cl 标记的 2,3,7,8-T4CDD。
EPA 8280	美国	土壤、底泥、飞灰、燃油、蒸馏残渣和水	4~8 个氯的 PCDDs/PCDFs	HRGC/LRMS	样品提取后，经碱液、浓硫酸、氧化铝及 PX-2 活性炭柱净化，采用 HRGC/LRMS 分析。可选择三种色谱柱：CP-sil-88、DB-5 或 SP-2250，内标为 <sup>13</sup> C 标记的 8 种 2,3,7,8-位氯代异构体，是后续方法的发展基础。
EPA TO-9A	美国	环境空气	多卤代苯并二噁英及苯并呋喃 (PHDD/Fs)	HRGC/HRMS	环境空气中二噁英类物质采样、样品处理及定性定量分析。
空气二噁英类分析标准手册	日本	环境空气	二噁英类	HRGC/HRMS	

近二十年，分子生物学领域的研究异常活跃，取得了巨大成就。其中特异性强、灵敏度高、操作简便且分析时间短的生物监测技术发展迅猛。尤其是在众多学者成功弄清二噁英类的致毒机理之后，基于该机理伴随产生了多种二噁英类生物学监测方法，各国生物监测法的应用详见表 3-4。

表 3-4 各国生物监测法应用

时间	生物监测法应用
1999 年	1999 年 5 月，在比利时发生鸡肉二噁英类化合物污染事件，生物法被用来对鸡、鸡肉、鸡蛋以及这些为原料的几十种产品中被怀疑的样品进行了二噁英污染筛选监测。
2000 年	比利时国立公共卫生科学研究所（SIPH）采用生物监测法对可能被二噁英类化合物污染的几十种食品、饲料和生物体样品进行了监测。
	美国环保局（US EPA）于 2000 年 11 月制定了 EPA Method 4000 系列的报告基因监测法。该生物监测方法用于测定土壤、底泥、生物组织和水。
2001 年	美国食品和药品管理局（FDA）决定采用生物监测法监测食品中的二噁英类化合物。
2002 年	欧盟（EU）为了从 2002 年 7 月 1 日开始实施的《食品、饲料的二噁英类标准》，于 2002 年 7 月 26 日颁布的 EC 指令（2002/69/EC）中规定，把生物监测法作为筛选方法来使用。
	美国环保局于 2002 年 10 月颁布了 EPA Method 4000 系列的酶免疫监测方法，即用抗二噁英类化合物抗体来监测土壤中的二噁英类化合物。
2003 年	日本环境省于 2003 年 5 月成立了《二噁英类化合物简易测定法探讨会》，以生物监测法为中心开始对二噁英类化合物简易测定法进行了验证和技术评价。
2004 年	2004 年 5 月，日本环境省二噁英类化合物简易测定法探讨会公布了关于简易测定法的技术评价报告，并明确指出用简易测定法（包括 BDM）对废物焚烧炉排放的烟气（焚烧能力小于 2t/h 的炉体）、飞灰和炉灰（以下简称焚烧三物质）进行测定是适宜的。
	日本国土交通省于 2004 年 7 月首次公布了“河流、湖泊底泥中的二噁英类化合物简易测定法（草案）”，生物监测法被定为标准方法。

## 4 标准制订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制订的基本原则

①配合《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，落实《关于加强二噁英污染防治的指导意见》要求，为我国有效的监控各类环境介质中的二噁英类服务。

②编制该技术规范的总体原则要体现技术规范的科学性、合理性、实用性和可操作性，以形成系统、规范、最佳的监测技术为出发点，参考和借鉴国内外现有的相关监测技术，标准方法、监测规范、调查指南等文献研究，充分考虑二噁英排在各类环境介质中的排放特点与存在现状，借鉴不同实验室二噁英监测经验和科技成果，调研国内同类型实验监测现状，归纳汇总适合国情的监测技术规范文件，制订可操作性强的二噁英监测技术规范，并能与我国现阶段的二噁英监测管理体系相衔接，确保该技术规范易于推广使用。请行内专家对监测规范进行充分评审，确保按照规范文件进行的监测活动能够准确反应二噁英排放的实际情况。

③该技术规范中部分方法将与现有国家标准方法兼容，并与国际上同行的方法可比。

④为我国各级环境管理部门、研究机构和环境监测单位提供统一的二噁英类监测技术规范，满足相关环保标准和环保工作要求。编制监测规范在监测机构及二噁英排放企业等企事业单位内布进行征求意见，保证规范文件能够执行。

## 4.2 适用范围

本规范适用于全国区域环境调查，建设项目环境保护评价和验收，污染源排放监督性监测、委托监测及相关的科研任务，为科研院所、监测系统及环境管理部门提供工作依据。

## 4.3 技术路线

本标准是为规范采集和监测各类环境介质中二噁英类污染物而制订的，本标准编制组参考国内外有关规范、规定和标准，并对国内外相关领域的环境管理政策法规、发展规划和技术要求进行充分的调研和分析，结合实际工作经验，拟定我国空气和废气、水和土壤、沉积物和固体废物二噁英监测的技术规范框架。该框架内容包括通过对现阶段国内外二噁英监测技术的评估，或对与之有关的监测技术规范的整理分析后，明确的二噁英监测技术关键点和难点、本技术规范应涵盖的二噁英监测相关内容、所采用的分析方法要求等，重点对不同介质二噁英样品的采集点位确定、采样设备要求、监测流程及质量控制和质量保证等进行阐述。

二噁英类监测技术规范编制工作路线如下：

(1) 查阅并整理国内外现有的相关标准、规范及环境管理需求和技术要求，查阅国内期刊及学术论文相关内容；

(2) 编写开题报告，形成监测技术规范框架，组织专家论证。

(3) 按专家意见修改完善监测技术规范文本，进行验证，形成标准征求意见稿。

(4) 征求意见，意见汇总，修改完善文本，形成送审稿。

(5) 召开审议会，收集专家意见，形成技术规范报批稿。

本技术规范在编写时还考虑到国内监测工作的实际情况，按照工作流程叙述，力求条理清楚、文字简洁。

本技术规范编制工作实施的技术工作路线如图 4-1，技术流程图如 4-2。

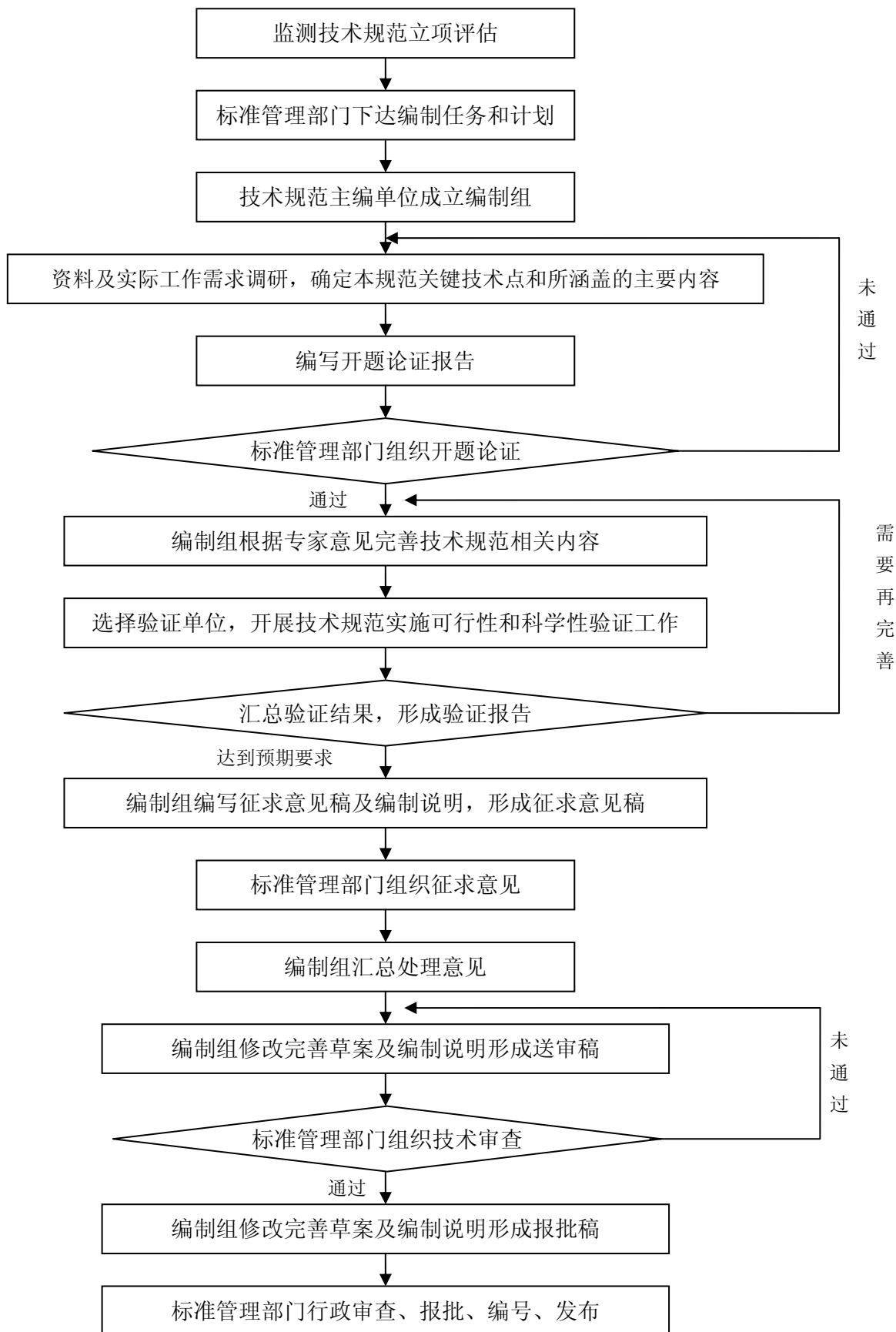


图 4-1 本技术规范编制工作实施技术路线示意图

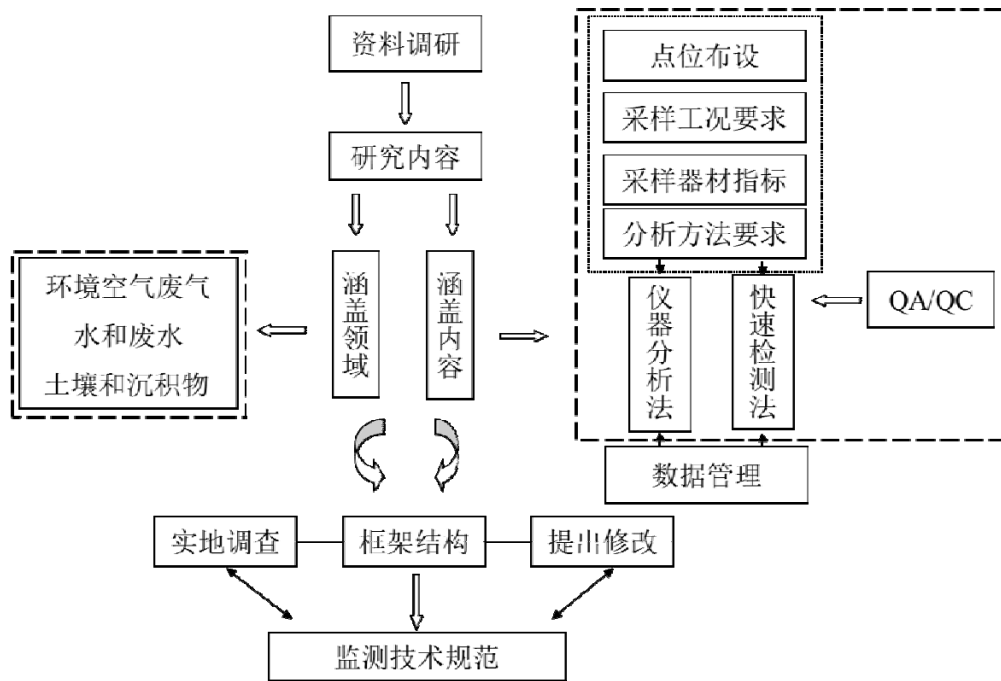


图 4-2 技术规范编制工作实施技术路线示意图

## 5 标准研究报告

本标准涉及各类环境介质，环境空气和废气、水、土壤、沉积物和固体废物部分。主要内容包括：适用范围、规范性引用文件、术语和定义、方法原理、监测工作程序、监测点位的布设、监测频次、采样方法、现场采样记录、注意事项、质量保证和质量控制及监测报告的编制。

### 5.1 适用范围

针对现阶段我国各类环境介质中环境空气和废气、水、土壤、沉积物和固体废物管理需求，结合实际工作中通常需开展二噁英监测的项目来源及其类型，本技术规范明确了主要适用于区域调查、建设项目环境影响评价和验收、监督性监测、委托性监测、污染场地监测和污染事故调查监测工作。

### 5.2 规范性引用文件

规定了在技术规范中被引用的各文件中的条款而成为本标准的条款，与本技术规范同效。其最新版本适用于本技术规范。

### 5.3 术语和定义

为了使技术规范内容易于理解，本规范规定了 14 个关键性术语和定义，分别为：二噁英类、毒性当量因子、二噁英毒性当量、标准状态、地表水、工业废水、生活污水、混合水样、采样断面、环境空气、土壤背景、农田土壤、水系沉

积物和固体废物。

#### 5.4 方法原理

规定了不同环境介质二噁英类的样品采集、样品制备、样品前处理及仪器分析等过程的标准、操作程序以及全过程的质量管理措施。本技术规范还规定了采用同位素稀释高分辨气相色谱/高分辨质谱联用仪法分析测定环境介质中的二噁英类。

#### 5.5 监测技术程序

为完成环境介质的监测内容，本技术规范中要求制订二噁英监测技术程序。首先通过咨询、现场调查等方式进行资料收集，了解监测目的、监测点位周边环境现状以及是否具备采样条件；根据不同的环境介质准备合适的采样器材，同时做好现场采样安全防护准备。其次在以上基础上编制监测方案，包括监测内容的确定和监测计划的制订，在监测计划中应明确监测日期、监测人员安排、采样需要的监测仪器、监测点位布设及监测频次等方面内容；根据制定的监测计划实施现场样品的采集，在该过程中应关注监测点位周边污染源排放情况，并对环境要素和工况参数进行测量。样品采集后冷藏避光保存并尽快送至实验室分析，最终数据整理、编制监测报告。监测分析全过程必须采取一定手段的进行质量控制与质量保证。

根据监测目的，制定监测技术程序。监测技术程序包括：资料收集、现场调查、制定监测方案、采样准备、样品的分析测定。

##### 4.5.1 准备阶段

包括监测前调查、监测所用的仪器准备、人员防护要求等。通过准备阶段获取监测范围或者点位的基本信息情况，判断是否具备采样条件，按照监测内容准备好仪器设备，确保监测能顺利进行。由于二噁英排放源的特殊性，要求监测人员穿着工作服，进场佩戴安全帽等。

1、前期调查：监测前，通过咨询、调研和现场调查等方式进行必要的资料收集，了解监测目的和监测点位周围环境现状，确认采样现场各项条件符合本技术规范的要求。

2、仪器准备：应按照采样需求准备相关仪器设备，检查仪器运行状态，确保运行良好，满足监测要求。

3、安全准备：采样人员应该注意人员安全防护，户外作业必须配备安全帽，



监测现场需穿着工作服，做好个人防护，防止意外事故发生。

#### 4.5.2 监测方案

监测方案应包括监测目的、监测内容和监测计划。环评监测和监督性监测，监测方案须经有关部门审核后方可实施。其他委托监测项目，监测方案应符合本规范的要求。

1、监测内容：二噁英点位及周围与二噁英监测相关的天气水文等内容。

2、监测计划：监测日期、监测人员安排、联系方式、采样需要的监测仪器、点位布设与监测频次、质量保证措施、监测结果出具的时间等内容。

#### 4.5.3 现场监测

包括现场监控、现场测量和现场采样。

1、现场监控：监测点位周围污染源排放情况，观察是否存在不稳定排放，如无组织焚烧、自然火灾等突发情况，详细记录现场监控情况。

2、现场测量：在监测现场要实际测量气象、工况参数，如温度、气压、风向、风速、海拔高度、经纬度等，测量情况，填写在采样记录中。

3、现场采样：现场监控和现场测量无异常情况时，进行现场采样。

### 5.6 监测技术要求

#### 5.6.1 水和废水监测技术要求

针对不同的环境介质，本技术规范针对性的提出了其二噁英监测技术要求，包括监测点位的布设、监测频次、采样方法、现场采样记录和注意事项等。

水质本部分规定了二噁英监测的监测断面布设、采样频次和采样时间、采样方法、样品的保存和运输以及采样过程中的注意事项等，是本标准的重点之一。主要根据现有的技术规范，结合二噁英的监测特性，尽量布设最少量的点位、确定最佳的监测频率与采样时间。

监测断面布设水质中二噁英类样品的监测断面布设同其它有机污染物的要求一致，因此可按照不同水样类型（主要为地表水、地下水和废水），参照 HJ/T 91、HJ/T 164 和 HJ 495 的相关要求进行水质二噁英采样监测断面的布设。

对于湖泊、水库的二噁英监测，因二噁英类物质在环境中非常稳定，如果没有特殊的污染来源，其在同一断面不同垂线、同一垂线不同点位的组成与含量变化不大，而且综合考虑二噁英监测及分析成本较高等因素以及采样的可操作性，本标准规定如果采样垂线数超过 1 条，每条垂线上采样点位超过 1 个时，可分别

采集各条垂线、各个点位的样品，然后按比例混合成一个综合水样。

本标准未涉及海水。

采样频次和采样时间：二噁英类物质在环境中非常稳定，考虑到二噁英监测及分析成本比较高等因素，结合不同的水体功能、水文要素和污染源、二噁英排放等实际情况，根据国家环境管理要求和相关技术规范，确定采样时间和采样频次，力求以最低的采样频次，取得最有时间代表性的样品。

对于污染治理、污染源调查和评价等废水中的二噁英类物质的监测，其采样时间和采样频次可以根据监测方案的要求确定。

#### 5.6.1.1 地表水

##### 5.6.1.1.1 监测断面的布设

监测断面在总体和宏观上须能反映水系或所在区域的水环境质量状况。各断面的具体位置须能反映所在区域环境的污染特征；尽可能以最少的断面获取足够的有代表性的环境信息；同时还须考虑实际采样时的可行性和方便性。

地表水监测断面的布设原则、设置方法、设置数量一般可参照 HJ/T 91 和 HJ 495 的相关要求进行监测断面的布设。

对于湖泊、水库的二噁英监测，可参照河流的有关规定设置监测断面，如受污染物影响较大的重要湖泊、水库，应在污染物主要输送路线上设置控制断面。

##### 5.6.1.1.2 采样频次与采样时间

二噁英类物质在环境中非常稳定，考虑到二噁英监测及分析成本比较高等因素，结合不同的水体功能、水文要素和污染源、二噁英排放等实际情况，根据国家环境管理要求和相关技术规范，确定采样时间和采样频次，力求以最低的采样频次，取得最有时间代表性的样品。

##### 5.6.1.1.3 采样方法

地表水中二噁英类样品的采样工具和容器应使用对二噁英类无吸附作用的不锈钢、聚四氟乙烯或玻璃材质，使用前要用甲醇（丙酮）及甲苯（二氯甲烷）充分清洗。水样采集后可在现场萃取或带回实验室分析。具体采样方法可参照 HJ/T 91。

## 5.6.1.2 废水

### 5.6.1.2.1 监测点位的布设

废水的采样必须考虑废水的性质和每个采样点所处的位置。废水中二噁英类采样点位可设在车间出水口或车间处理设施的排放口或专门处理此类污染物设施的排口。

进入集中式污水处理厂和进入城市污水管网的污水采样点位应根据地方环境保护行政主管部门的要求确定。

### 5.6.1.2.2 采样时间与采样频次

对于污染治理、环境科研、污染源调查和评价等废水中的二噁英监测，其采样时间和采样频次可以根据监测方案的要求确定。

### 5.6.1.2.3 采样方法

废水中二噁英类样品的采样工具和容器应使用对二噁英类无吸附作用的不锈钢制、聚四氟乙烯或玻璃材质，使用前要用甲醇（丙酮）及甲苯（二氯甲烷）充分清洗。

对于工业生产排放废水的监测，如果排污单位的生产工艺过程连续且稳定，可以用瞬时采样的方法。对有污水处理设施并正常运转或建有调节池的污染源，其废水为稳定排放的，监测时亦可采集瞬时废水样，所采集的废水样主要是瞬时样和比例混合样。当废水流量变化小于 20%，污染物浓度随时间变化较小时，按等时间间隔采集等体积水样混合。

### 5.6.1.3 采样注意事项

(1) 采样时不可搅动水底的沉积物，应注意除去水面的杂物、垃圾等漂浮物。

(2) 采样时应使用定位仪（GPS）定位，保证采样点的位置准确。

(3) 认真填写水质采样记录（见附录 F、G），现场记录字迹应端正、清晰，项目完整。表的内容主要包括：采样时间、地点、样品编号、样品外观、样品种类、水温、气象等参数。

(4) 如需在现场对水样进行萃取富集，则需要添加二噁英提取内标，并现

场记录提取内标名称及添加量。

(5) 二噁英类样品的采集按照国家相关技术规范，每批次需要采集平行样品，测定全程序空白。平行样品采集数量不得低于 10%。

(6) 实际采样量不得低于测定所需样品量，测定所需样品量可根据下面公式 (1) 估算。

$$V = Q_{DL} \times \frac{y}{x} \times \frac{V_E}{V_E'} \times \frac{1}{\rho_{DL}} \quad (1)$$

式中：V——测定所需样品量，L；

QDL——测定方法的测定下限，pg；

y——最终测定液量，μl；

x——GC/MS 注入量，μl；

VE——萃取液量，ml；

VE'——萃取液分取量，ml；

ρDL——所需试样的测定下限，pg/L。

#### 5.6.1.4 样品的保存及运输

水质样品应密封避光保存运输，尽快进行处理及分析测定。水质样品的保存与管理应符合 HJ 493 的规定。

#### 5.6.2 空气和废气监测技术要求

##### 5.6.2.1 监测点位周围环境要求

监测点位附近环境状况应相对稳定，监测周期内环境状况不会出现影响结果的显著变化（如无组织焚烧、火灾等突发情况）。监测仪器采样口周围不能有阻碍环境空气流通的高大建筑物、树木或其他障碍物。采样口周围水平面应保证 270°以上的捕集空间，如果采样口一边靠近建筑物，采样口周围水平面应有 180°以上的自由空间；监测点附近周围有稳定可靠的电力供应和避雷设备。

##### 5.6.2.1.1 环境空气质量评价监测要求

以监测区域环境空气中二噁英整体状况和变化趋势为目的而进行的监测，应利用该区域常年风向、气象资料及区域面积、功能类别等因素模拟计算污染物扩

散、迁移及转化规律，预测污染分布状况进而寻找合理的二噁英监测点位。监测点位其代表范围一般为半径 500 米至 4 千米的区域，有时也可扩大到半径 4 千米至几十千米（如对于空气污染物浓度较低，其空间变化较小的地区）的区域。监测点位数目要依据监测区域的大小和区域环境空气变化（参考常规污染物变化）合理确定，监测点位数目不应小于 3 个点位。样品采集方式可参照国标 HJ77.2 选用大流量（500-1000 L/min）和中流量采样（100-300L/min）采样。监测时间要依据《环境影响评价技术导则-大气环境》HJ 2.2 和《环境空气质量手工监测技术规范》确定，每期监测时间，至少应取得有季节代表性的 7 天有效日均值数据，即监测气态污染物累计采样时间不小于 18 小时，颗粒物累计采样时间不小于 12 小时，进行一次环境空气质量评价采集累计采样时间不小于 126 小时。但对于评价范围内没有排放同种特征污染物的项目，可减少监测天数，监测天数不应小于 3 天，累计采样时间不少于 54 小时，监测方案需报请地方环境主管部分批复。

#### 5.6.2.1.2 污染源监控点监测要求

污染监控点原则上应设在可能对人体健康造成影响的污染物高浓度区（最大落地点）以及主要固定污染源对环境空气质量产生明显影响的地区（敏感点），污染监控点应设置在源的主导风向和第二主导风向（一般采用污染最重季节的主导风向）的下风向的最大落地浓度区内，以捕捉到最大污染特征为原则进行布设。

对于固定污染源较多且比较集中的工业园区等，污染监控点原则上应设置的主导风向和第二主导风向（一般采用污染最重季节的主导风向）的下风向的工业园区边界，兼顾排放强度最大的污染源及污染项目的最大落地浓度。监测固定工业污染源对环境空气质量影响而设置的污染监控点，其代表范围一般为半径 100~500 米的区域，有时也可扩大到半径 500 米~4 千米（如考虑较高的点源对地面浓度的影响时）的区域；监测污染源周围环境空气中二噁英时，污染源周边至少在敏感点、最大落地点及建设项目所在地设置 3 个以上监测点，每个采样点至少采集 3 个日平均以上样品。采样流量同环境空气质量评价监测要求。污染监控点监测期间应确保污染源正常运行，对于二噁英排放源污染源比较单一区域，建议同时对污染源排放二噁英进行监测。

#### 5.6.2.1.3 路边交通点

对于路边交通点，一般应在行车道的下风侧，根据车流量的大小、车道两侧

的地形、建筑物的分布情况等确定路边交通点的位置，采样器距离道路边缘不得超过 20 米。每个采样点至少采集 3 个日平均以上样品，采样流量选用大流量空气采样器 (>500L/min)，单次样品的采样时间应不小于 18 小时。

#### 5.6.2.1.4 背景点监测要求

背景点应远离城市建成区和主要污染源，背景点设置在不受人活动影响的清洁地区，背景点的海拔高度应合适，在山区应位于局部高点，避免受到局地空气污染物的干扰和近地面逆温层等局地气象条件的影响；在平缓地区应保持在开阔地点的相对高地，避免空气沉积的凹地。其代表性范围一般为半径 100 千米以上的区域。采样流量同环境空气质量评价监测要求

#### 5.6.2.1.5 监测期间信息的记录

监测取样期间，监测方应监控并记录覆盖监测活动全程的信息，包括：气象条件、环境状况、监测点位坐标、无组织焚烧情况、点源高度、采样体积、采样时间、采样仪器运行状况等，对采样期间发生的异常情况要特别标注，所有记录信息应现场签字确认。

#### 5.6.2.1.6 采样仪器及采样耗材

采样设备的技术指标应符合 HJ77.2、HJ/T194 的要求，采样器具应采用技术成熟的市售成套环境空气采样装置，或者自行研制的经过验证的采样装置。采样装置应包括自然降尘保护系统、环境温度和气压测量装置、时间控制系统、颗粒相烟尘收集单元（滤膜）和气相收集单元（聚氨基甲酸酯或 XAD-2 树脂）等采样单元，采样仪器每年要进行送检，并通过计量检定，并定期进行仪器校核。每次使用之前要确保仪器处于良好的工作状态。

采集环境空气样品使用石英纤维滤膜和聚氨基甲酸乙酯泡沫（PUF）或 XAD-2 吸附树脂；采样耗材技术标准应满足 HJ77.2 和 HJ/T194 中对于颗粒相烟尘收集单元（滤膜）和气相收集单元（聚氨基甲酸酯或 XAD-2 树脂）技术要求。石英纤维滤膜对 0.3 $\mu$ m 标准粒子的截留效率不低于 99%，滤膜在使用之前要高温处理，冷却后放于干燥器中待用。选用聚氨基甲酸乙酯泡沫（PUF）吸附空气中气相二噁英时，聚氨酯泡沫密度要处于 16-25mg/cm<sup>3</sup>，使用之前要使用蒸馏水、有机溶剂充分洗涤，去除有机物洗涤方法见 HJ77.2。从每批处理的耗材要抽样进行二噁英类空白实验。

#### 5.6.2.1.7 点源排放周边环境空气监控采样

最大落地点根据环评推算，如无具体要求，一般选择在点源主导风向下风向500米至800米范围内。

#### 5.6.2.2 污染源排放废气监测技术要求

污染源排放废气监测技术要求参照了《环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法》(HJ77.2)、《固定源废气监测技术规范》(HJ/T397)、《固定污染源排放气中颗粒物测定和气态污染采样方法》(GB16157)、固定污染源排放二噁英监测(EPA method 23)、EN-1948等方法以及国外技术文献。

##### 5.6.2.2.1 运行工况要求

###### 5.6.2.2.1.1 高温炉窑运行要求

现场监测期间高温炉窑应处于正常运行工况状态。对于生活垃圾焚烧、钢铁烧结、污泥焚烧、危险废物焚烧等连续运行设施采样前应稳定运行至少1小时以上，对于废旧金属冶炼、电弧炼钢、医疗废物热解焚烧装置等间歇式运行设施监测过程应尽量涵盖的不同工段，对运行周期超过8小时以上的间歇式运行设施，监测期间必须包含污染物排放最高阶段。除对生产负荷有单独规定的参考规定执行外，现场监测期间高温炉窑生产负荷应与日常生产运行负荷一致；建设项目环境保护设施竣工验收监测的工况按照《建设项目环境保护设施竣工验收监测办法》执行；其它为处理厂群矛盾等具有特定目的的监测，应根据具体要求，经当地环保行政主管部门批准后执行。监测期间监测人员应随时了解并记录被监测方生产负荷，运行负荷不满足要求时，通知监测人员停止监测。

###### 5.6.2.2.1.2 烟气净化系统运行要求

现场监测期间烟气净化系统必须正常运行且运行状况必须和日常一致。对于消石灰、活性炭、硫脲或单质硫等消耗性材料，现场监测人员应核算用量并如实记录，禁止企业超量添加。

###### 5.6.2.2.2 运行工况记录

对于生活垃圾、危险废物处置等焚烧设施，监测取样期间，监测方应监控并记录覆盖监测活动全程的工况信息，包括：焚烧对象、焚烧炉型、设计能力、生产负荷、辅助燃料投放量、含硫量（如添加燃煤时）、二燃室温度、蒸发量、废

气处理施工工艺、投放药剂量、鼓风量等参数；对于烟气流速、烟道尺寸、含氧量、一氧化碳、二氧化硫等烟气参数要现场测量；对于危险废物处置焚烧设施还要记录焚烧对象的物料配比、配料热值、含氯量等参数。

对于钢铁冶炼、金属再生、球团烧结、催化燃烧等处置设施，除上述必要的信息外，还应记录原料来源、配方配比、固体废弃物回用比例等参数。

现场采样过程中即时测量记录烟气含氧量、温度、一氧化碳、二氧化硫等反映焚烧炉运行状态的参数，全程监控焚烧炉的运行状态和运行负荷。所有信息均应经被监测方确认签字。

#### 5.6.2.2.3 监测点位要求

##### 5.6.2.3.3.1 监测平台和监测孔要求

被监测方应按照《固定源废气监测技术规范》（HJ/T397）、《固定污染源排放气中颗粒物测定和气态污染采样方法》（GB16157）的规定设置监测平台和永久采样孔。采样孔的直径不应小于 80mm，采样孔正下方约 1.2 米处设置面积不小于 3 平方米带护栏的安全监测平台，监测平台护栏高度不低于 1.1 米，监测平台承重不小于 200kg/m<sup>2</sup>，监测平台应布设永久性电源（220V），要经常维护加固监测平台。当实际条件不能满足 GB/T 16157 要求时，采样孔应选在较长的直段烟道上，与弯头或变截面处的距离不得小于烟道当量直径的 1.5 倍。如同时设置有水平烟道和垂直烟道，优先选择垂直烟道。

##### 5.6.2.3.3.2 采样点位要求

采集烟气中二噁英时，不仅要采集以固态形式吸附在颗粒物上二噁英，而且还要采集以气态形式存在二噁英。由于颗粒物在烟道内分布不均匀，气态污染物在烟道内分布均匀，所以二噁英采集可以参照 GB/T 16157 和 HJ/T397 中颗粒物和气态污染物采样布点方法，选用多孔多点动态跟踪采样。

##### 5.6.2.2.4 采样仪器要求

采样器材应选用技术成熟的废气二噁英采样装置。废气二噁英采样装置应包括等速采样控制系统、采样系统的加热和冷却装置、废气参数即时测量装置（皮托管、热电偶等）、废气中颗粒相烟尘收集单元（滤筒或滤膜等）、废气中气相收集单元（气相吸附柱）、废气中冷凝水收集装置、采样泵、流量计等部分。

采样设备的技术指标应满足《危险废物（含医疗废物）焚烧处置设施二噁英



排放监测技术规范》(HJ/T 365) 附录 B 和《环境空气和废气二噁英类的测定同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法》(HJ77.2) 中要求。采样泵在系统负载阻力 20kpa 时, 采样流量应不低于 30L/min, 并且可以连续运行 8 小时以上。采样系统流量控制单元应具有自动跟踪或调节功能。采样仪器应每年至少送检一次, 检定内容主要包括流量、温度、压力等技术参数。采样仪器要定期校核, 保证仪器良好状态。每次采样前要确认仪器状态, 满足采样技术要求才可使用。

采集废气样品使用玻璃纤维滤筒(或滤膜)或石英纤维滤筒(或滤膜)和苯乙烯-二乙烯基苯的聚合物或市售 XAD-2 树脂等吸附性能好的材料。

#### 5.6.2.2.4.1 等速采样要求

必须现场测量烟道直径、烟气流速、温度、压力、含湿量等参数, 进而确定等速采样条件。烟气参数的测量计算方法参照 GB/T 16157 或 HJ/T397 执行。连接采样装置, 检查系统气密性。准备工作完成后, 将采样烟枪插入烟道, 封闭采样孔, 使采样嘴对准气流方向(其与气流方向偏差不得大于 10°), 开始等速采样。监控采样流速与测点流速的之间偏差, 确保相对误差在 10% 范围内。若滤筒(纸)阻力增大到无法保持等速采样, 则应更换滤筒(纸)后继续采样。

#### 5.6.2.2.4.2 吸附装置要求

采样过程中, 废气中颗粒相烟尘收集单元温度应保持在烟气露点以上至 120℃ 之间, 如果排放烟气温度低于露点, 需要对进入烟尘收集单元烟气进行加热。进入采样系统烟气温度过高(大于 200℃ 以上)时, 需要对进入采样系统的烟气进行急速降温。

废气中气相收集单元(气相吸附柱)应浸在冰水浴中或采用冷却循环装置对进入气相吸附柱烟气进行降温, 冷却循环装置的内液体温度保持在 5℃ 以下, 气相吸附柱温度应保持在 25℃ 以下。采样过程中气相吸附柱应注意避光。

#### 5.6.2.2.4.3 净化系统前采样要求

在废气净化设施前采集二噁英样品时, 烟尘含量可能较大, 应在滤筒(膜)之前配备烟尘过滤装置, 样品采集时可采取间歇式采样或低流量采样。

#### 5.6.2.2.4.4 样品体积、数目和频次要求

每个样品的标态体积采样量应不小于 2m<sup>3</sup> 或样品的采样时间不少于 2 小时, 采集过程中, 标态采集烟气量原则上不大于 25L/min。如烟气二噁英含量极低,

建议每个样品的采集时间增加到 2 小时以上。

监测频次应建设项目竣工验收或其它监督性监测、委托性监测需求确定，对于稳定运行的处置工艺，一般采集一至两个周期以上样品。每套处理装置系统每周至少平行采集 3 个以上样品，根据工艺要求连续采样或间歇式采样，分别测定，根据相关标准要求以平均值或独立值作为评价结果。如对于循环流化床垃圾焚烧、炉排型垃圾焚烧、回转窑性废物焚烧、球团烧结、化工工艺废气催化燃烧等稳定连续运行的处理装置，以平均值报告结果进行评价。对于金属再生、热解焚烧、炼钢等间歇式处理装置，应在投料、热解或熔炼、还原或一个处置周期尾部时段分别采集样品，以浓度最大值进行结果评价。

#### 5.6.2.2.4.5 其它操作要求

每个样品采集即将完毕时，应迅速抽出采样管，停止采样泵，记录截止时间和采样体积等参数。拆卸采样装置时应尽量避免阳光直接照射。取出滤筒（纸）保存在专用容器中，气相吸附柱两端密封后避光保存，从采样嘴开始用去离子水、稀盐酸（采样杆中存在较多颗粒物时使用）、丙酮或甲苯等有机溶剂先后冲洗采样管和连接管，冲洗液与冷凝液一并保存在棕色试剂瓶中。实验室分析样品必须包括滤筒（或纸）、吸附树脂（或 P U F）、冲洗液和冷凝液三个部分。二噁英采样内标应现场添加于滤筒或吸附树脂上，现场要记录采样内标名称及添加量。

#### 5.6.2.2.5 采样记录的要求

采样记录要详细完成，能够反映运行工况和监测情况，采样记录应包括下列内容：

- 1) 样品采集日期，采样人员。
- 2) 被监测企业的概况，焚烧系统运行状况，采样点位置、气温、气压。
- 3) 烟道烟气的基本参数，包括温度，含湿量，动压、静压，流速，标干流量、含氧量、一氧化碳浓度等。
- 4) 采样器的名称型号，检漏试验结果，采样嘴尺寸、流量，采样起止时间，烟气采集量、流量计出口含氧量、采样体积、标态采样体积（需要自己换算标态体积的仪器，应记录流量计前温度）。
- 5) 采样内标添加情况。

### 5.6.3 土壤监测技术要求

### 5.6.3.1 监测点位的布设

针对不同的土壤类型及其二噁英监测目的，提出背景土壤、农田土壤、污染场地土壤及建设项目环境影响评价和验收时需实施的土壤二噁英监测点位布设的原则和方法。其中背景土壤监测点确定应选择在地形相对平坦、稳定、植被生长良好的地点，位于二噁英排放源的上风向，且与不同类型污染源具有一定距离，这样是为了避开了土壤环境可能遭受二噁英排放源或者其他工农业生产的影响的因素，使得背景土壤环境监测数据更具有代表；农田土壤分为施用化肥的农田土壤和以污灌水为主要浇灌水源的农田土壤，为了使样品具有代表性，前者采用均匀布点法布设监测点，后者可按照水流方向带状布点监测点；污染场地土壤监测主要是了解土壤污染影响范围及程度，因此需了解污染场地内原生产情况，包括原材料和产品的存放区、生产设备的安放区或主要生产场所，废物堆放区等，在确定了可能受污染的土壤区域后采用均匀布点采样；与二噁英排放相关的建设项目环境影响评价或验收时均需对项目厂址及其周边土壤环境进行二噁英监测，针对该目的，监测时应结合当地主导风向，兼顾建设项目污染物排放最大浓度落地点和项目周边土壤敏感点布点。原则上分别在主导风向的上风向、污染物排放最大浓度落地点、项目选址处及项目周边土壤敏感点（如农田、果园、苗圃及山体）所在区域内布点。如果主导风向的上风向和污染物排放最大浓度落地点所在区域均以硬底化，则只在土壤敏感点区域采集二噁英样品。其余类型的土壤二噁英监测具体布点原则参照 HJ/T166。

### 5.6.3.2 采样频次和采样时间

根据国家环境管理要求和相关技术规范，确定采样时间和采样频次，力求以最低的采样频次，取得最有时间代表性的样品。污染事故土壤样品的监测频次根据监测的具体目的确定。

根据实际监测工作需要，土壤二噁英监测频次通常是采集一期、每期采集一次即可，也可以根据实际监测方案目的和要求进行适当调整。发生土壤污染事故时应及时采集样品，具体监测频次根据污染物变化趋势决定。

### 5.6.3.3 采样方法及采样工具

采集土壤样品时通常先按照地块大小以随机布点、分块布点和系统布点方式划分监测区域，然后再在每个区域以梅花布点方式采集表层土壤混合样品，剔除

样品中的砾石、动植物残体等杂物经四分法缩分后取不少于 1.0kg 用锡箔纸包裹严实并放入密实袋排尽空气后避光保存。

土壤二噁英采样工具应选择对二噁英无吸附作用及不会污染样品的工具，可选用不锈钢或铝合金铲、柱状采样器及木铲。采样工具要求保持清洁，采样前应使用水和有机溶剂清洗，现场每采集完一份样品后应擦抹（洗）干净，严防交叉污染。

#### 5.6.3.4 现场采样记录

监测现场的记录对于样品和数据的溯源至关重要，分析人员有时也可以根据现场记录判断土壤样品的性质，因此采样人员应做好土壤二噁英现场监测记录，包括土壤样品名称、颜色、类型、气味、点位经纬度、采样工具、采样方式、杂质、采样日期及采样人员等。

#### 5.6.3.5 注意事项

主要对不能作为背景土壤点的土壤特征进行了限制说明。对采样工具的使用及土壤采样质控提出要求。尤其注明土壤样品测定时的特殊要求即土壤样品应参照 HJ613 测定含量率，用于测定含水率的土壤样品不能再用来分析二噁英。

### 5.6.4 沉积物监测技术要求

#### 5.6.4.1 沉积物监测点位布设

现有技术性文件 HJ494 “水质采样技术指导”和 GB 17378.3“海洋监测规范第 3 部分：样品采集、贮存与运输”中均对河流、湖泊和水库的水系沉积物和海洋沉积物的采样点位布设有较详细说明，本技术规范参照 HJ494 和 GB 17378.3 要求布设，同时强调采样点位布设应避开公路、村庄等自然或人为污染地带，并布设在水流速度较小、水体扰动较小、水生植物较少区域。

#### 5.6.4.1 监测频次

沉积物的监测频次应根据国家环境管理要求和相关技术规范确定，力求以最低的采样频次，取得最有代表性的样品。

#### 5.6.4.3 采样方法

沉积物采样工具主要为采泥器，采泥器应保持清洁，必要时应用水和有机溶剂清洗；同时为确保沉积物样品具有环境代表性，需进行单点多次采集样品制成混合样品，混合样品的采样量应保证干重不低于 100g。

#### 5.6.4.4 现场采集记录

沉积物样品采集的同时记录采样点的水深、经纬度，沉积物的颜色、气味以及附着的贝类和动植物残体情况、采样工具、采样日期及采样人员等，并贴好样品标签。

#### 5.6.4.5 注意事项

沉积物采样过程中，主要注意要应剔除样品中的砾石、贝类、动植物残体等杂物。同时人员安全，确保采样器与缆绳链接牢固，防止采样器遗落。

### 5.6.5 固体废物监测技术要求

#### 5.6.5.1 固体废物监测布点

《工业固体废物采样制样技术规范》（HJ/T20-1998）和《危险废物鉴别技术规范》（HJ/T 298-2007）对固体废物监测布点有详细的说明，本技术规范可直接借鉴。

#### 5.6.5.2 采样工具

同样，固体废物二噁英采样工具应符合 HJ/T20 的要求，使用对二噁英无吸附作用的不锈钢或者铝合金材质采样工具。采样工具应保持清洁，必要时应用水和有机溶剂清洗，避免采集样品时交叉污染。

#### 5.6.5.3 采样方法及采样量

本技术规范提出根据固体废物的种类、产生量、性质、存放方式，直接参照 HJ/T 20、HJ/T 298 要求实施固体废物样品采集，同时考虑到二噁英分析成本较高，固体废物采集份样可较 HJ/T 20、HJ/T 298 要求酌情减少，或将同类型固体废物的采集份样混合后作为固体废物的实际样品。对于一份固体废物样品其采集量不低于 1.0kg，半液态和液态废物样品采集量以不小于 100ml 的采样瓶（或采样器）所盛量为准。

#### 5.6.5.4 现场采集记录

固体废物采样需记录样品名称、来源、性状、颜色、采样工具、采样方式、采样量、采样份样数、贮存方式、采样人员、采样日期等，并贴好采样标签。

#### 5.6.5.5 注意事项

首先对固体废物采样人员提出要求，需应由经过专门技术培训并懂得安全操作、掌握固体废物采样技术的人员完成。在采样过程中要时刻注意个人防护；

其次对半固态样品制样过程提出要求，即在制样的同时应测定含水量，用于测定含水率的样品不能再用来分析二噁英。

## 5.7 质量保证和质量控制措施

质量保证和质量控制措施的实施是确保环境介质二噁英监测数据可靠性、科学性的主要手段，贯穿于监测的整个过程，包括人员、实验室、采样及制样技术、仪器分析、数据整理及管理，本技术规范即对上述各环节提出了质量保证和质量控制的要求，同时明确质量管理报告的编制要求。

### 5.7.1 人员要求

本部分规定了参与二噁英类监测的人员，应掌握二噁英采样及分析的原理，了解监测技术规范，持证上岗。采样人员须通过岗前培训，掌握二噁英采样技术和现场采样安全规则。实验室分析测试人员，应通过专门的二噁英技术培训，正确熟练地掌握二噁英类分析的基本原理和质量控制程序，掌握并按照标准操作程序进行实验工作。获得的监测数据和相关记录应及时整理归档。定期对使用的仪器设备进行维护、检查和校准。

### 5.7.2 实验室要求

本部分规定了标准操作程序（SOP）的内容，标准操作程序应详细、易懂，相关人员必须完全了解标准操作程序。实验室内功能区划分中规定，二噁英类分析实验室应是专用实验室，应按照不同的功能划分区域。严格区分样品的制备、提取、净化及浓缩区域和高分辨率色质联机分析区域。实验室必须是国家计量认证合格单位或取得实验室认可资质，每年至少参加一次国际或国内实验室比对试验。

#### 1 标准操作程序（SOP）

实验室应制定标准操作程序手册，标准操作程序应详细、易懂，相关人员必须完全了解标准操作程序。标准采样程序应包括以下内容：

- 1) 采样前的调查，采样，前处理操作，监测的准备，样品净化、保管等方法。
- 2) 分析用试剂、标准物质等的准备，标准溶液的准备、保管以及使用方法。
- 3) 分析仪器的分析条件设定、调整、操作程序。
- 4) 分析方法全过程的记录（包括电子文件）。

#### 2 实验室内功能区划分

二噁英类分析实验室应是专用实验室，并按照不同的功能划分区域。严格区分样品的前处理区和高分辨率色质联机分析区。二噁英类分析仪器应专用专管。

#### 质量管理报告

二噁英类分析实验室应每年至少制作一份分析质量管理报告备查，并能够随时提供样品分析的全部谱图。应记录下列有关质量管理的信息并与数据一起报告。

- 1) 日常维护、调整记录(装置的校正等)。
- 2) 标准物质的生产厂商以及溯源，分析仪器的分析条件设定和结果。
- 3) 检出限的测定结果。
- 4) 空白试验及平行样测定的结果。
- 5) 前处理操作等的回收试验验证结果。
- 6) 分析仪器的分辨率和灵敏度变化。
- 7) 操作记录(样品采集、前处理以及分析的相关记录)。
- 8) 样品分析的全部谱图和其他应提供的材料。

#### 5.7.3 全过程质量控制和质量保证

质量控制和质量保证能确保从样品的采集到最终的报告形成的全过程控制。掌握样品的全过程信息，可以对样品的量值进行溯源。全过程质量控制和质量保证具体包括：

(1) 样品野外现场采样记录完整、准确，用标签标识的样品必须与采样记录完全一致。

(2) 样品交接记录表与分析任务表应准确无误，且需保存完好。

(3) 气相色谱-质谱联用仪的例行检查、调谐和校准记录。

#### 5.8 结果表示

主要关注的问题是检出限以下的测定值的毒性当量换算问题。美国标准没有明确规定。欧洲标准提供两种选择：①使用检出限，②用0计算。日本采用了三种方案：①用0计算，②使用检出限的1/2计算，③使用检出限计算，同时要求在换算时注明计算选择的是哪一种方法。本技术规定对于低于样品检出限或未检出的测定结果如无特别指明使用样品检出限的1/2计算毒性当量总浓度。