

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 442. 5-2020 代替 HJ 442-2008

近岸海域环境监测技术规范 第五部分 近岸海域生物质量监测

Technical specification for offshore environmental monitoring

Part 5 biological quality monitoring

(发布稿)

本电子版为发布稿,请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2020-12-16 发布

2021-03-01 实施

目 次

| 前 | 音 | II |
|----|-------------------------|-----|
| 1 | 适用范围 | . 1 |
| 2 | 规范性引用文件 | . 1 |
| 3 | 近岸海域生物质量监测的一般要求 | . 1 |
| 4 | 生物质量样品采集、保存与运输 | . 2 |
| 5 | 生物质量样品的制备 | .3 |
| 6 | 生物质量样品的分析 | .4 |
| 7 | 生物质量监测质量控制 | 4 |
| 附: | 录 A(资料性附录) 生物质量监测项目分析方法 | .6 |

前言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国海洋环境保护法》《中华人民 共和国防治陆源污染物污染损害海洋环境管理条例》《中华人民共和国防治海岸工程建设项 目污染损害海洋环境管理条例》和《近岸海域环境功能区管理办法》,规范近岸海域生态环 境质量监测,保护生态环境,保证全国近岸海域环境监测的科学性、准确性、系统性、可 比性和代表性,制定本标准。

本标准首次发布于 2008 年,原标准起草单位为中国环境监测总站和浙江省舟山海洋 生态环境监测站。本次为第一次修订。修订后标准由下列十个部分组成。

第一部分 总则

第二部分 数据处理与信息管理

第三部分 近岸海域水质监测

第四部分 近岸海域沉积物监测

第五部分 近岸海域生物质量监测

第六部分 近岸海域生物监测

第七部分 入海河流监测

第八部分 直排海污染源及对近岸海域水环境影响监测

第九部分 近岸海域应急与专题监测

第十部分 评价及报告

本标准作为修订后标准的第五部分,针对原标准中近岸海域生物质量监测的样品采集、 保存、运输、实验室分析、质量控制的方法和程序,主要修订以下几方面内容:

- 一一增加按照 GB 18421 开展例行监测的相关要求;
- 一一细化了样品制备的过程;
- 一一完善了分析方法的选择要求;
- ——补充质量控制相关要求。

本标准的附录 A 为资料性附录。

自本标准实施之日起,《近岸海域环境监测规范》(HJ 442-2008) 废止。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位:中国环境监测总站、浙江省舟山海洋生态环境监测站、天津市生态 环境监测中心、辽宁省大连生态环境监测中心。

本标准生态环境部 2020 年 12 月 16 日批准。

本标准自2021年03月01日起实施。

本标准由生态环境部解释。

近岸海域环境监测技术规范 第五部分 近岸海域生物质量监测

1 适用范围

本标准规定了近岸海域生物质量样品采集、保存与运输、样品制备、样品分析、质量 控制等方面的内容。

本标准适用于近岸海域生物质量监测。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡未注明日期的引用文件,其有效版本适用于本标准。

- GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分: 样品采集、保存与运输
- GB 18421 海洋生物质量标准
- HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则
- HJ 442.1 近岸海域环境监测技术规范 第一部分 总则
- HJ 442.2 近岸海域环境监测技术规范 第二部分 数据处理与信息管理
- HJ 442.4 近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测
- HJ 442.10 近岸海域环境监测技术规范 第十部分 评价及报告
- HJ 730 近岸海域环境监测点位布设技术规范

3 近岸海域生物质量监测的一般要求

近岸海域生物质量例行监测实施方案制定按 HJ 442.1 相关要求执行;监测点位布设按 HJ 730 相关要求执行;数据处理与数据上报按 HJ 442.2 要求执行;评价与报告按 HJ 442.10 要求执行。

国家确定的重要河口海湾和重点区域例行监测的生物质量监测频次为每年1次,其他区域可根据监测条件和评价要求按照每年1次或每2年1次,采样时间安排在7~8月或贝类成熟期。生物成熟期根据各地的具体情况确定,不同年份的采样时间应保持一致。采集甲壳类、鱼类和藻类样品根据监测目的确定采样的频次和时间,采样一般在捕捞期;养殖鱼虾类监测一般在成熟期;不同年份的采样时间应保持一致。

例行监测的必测项目为 GB 18421 规定的贝类污染评价项目;选测项目为监测区内域除 GB 18421 规定的项目外的其他贝类污染因子、其他生物(甲壳类、鱼类和藻类)质量等。

其他监测任务的生物质量监测项目、时间、频次等依据监测目的确定。

4 生物质量样品采集、保存与运输

4.1 样品的采集

4.1.1 基本原则

- a) 区域代表性原则。例行监测的样品采集,应能反映监测海域生物受污染物影响的累积状况;应选择能代表不同类型的生境(潮间带、潮下带和近岸海区);尽可能避开污染源。其他专题监测的样品采集,应选择符合监测目的和适于专题评价的区域。
- b) 物种代表性原则。例行监测采集的样品种类,应按照 GB 18421 选择贝类样品; 当不能满足 GB 17378.3 要求时,应选择当地优势种;如开展甲壳类、鱼类和一般 藻类生物质量监测时,应采集当地优势种或经济类种类。

4.1.2 样品种类的选择

种类应选择产量丰富,最好是食用的经济生物;本区域的定居者,生命周期要求为一年以上;有适当的大小,以提供足够的组织样品进行分析;对污染物有较强的积累能力;种类以贝类为主,根据海区(滩涂)特征可增选鱼类、甲壳类和藻类;根据我国海洋生物分布的特点,建议采样的贝类为贻贝、牡蛎、蚶类、蛤类、蛏类等;鱼类为黄鱼、梅童鱼、鲳鱼、鲻鱼、鲆鲽鱼等;甲壳类为梭子蟹、鲟、虾等;藻类为海带、紫菜、马尾藻等。具体种类可视当地实际情况确定。

4.2 样品的采集

4.2.1 采样方式

采样方式包括底栖拖网捕捞、近岸定点养殖采样、渔船捕捞、沿岸海域定置网捕捞及 垂钓或市场直接购买,获取的样品应为新采集且未受污染的样品。

4.2.2 采样工具

在采样时应注意采样工具对待测项目的影响,测定金属项目不能使用一般的铁质工具和镀锌、镀铬工具。

4.2.3 采样区域

近岸海域环境质量监测点位的样品采集,可在点位及附近区域直接采集;其中临岸近岸海域环境质量监测点位样品采集也可在临近区域的潮间带或养殖场等采集。对监测点位附近不能采集到样品时,应注明实际情况。

潮间带区域的贝类应定点采集;潮下带和近岸海域的贝类、鱼、虾、藻类样品在当地养殖场、渔船、渔港采集。

4.2.4 样品数量

贝类采集体长大致相似的个体约 1.5 kg; 藻类取样量约 100 g; 甲壳类、鱼类等生物的

取样量约 1.5 kg,以保证足够数量(一般需要 100 g 肌肉组织)的完好样品用于分析测定。

采集到的样品现场用海水冲洗干净。用于细菌学指标检测的样品,采样全过程严格执 行无菌操作。

采用现场采平行样分析生物体污染浓度分布范围时,应采集现场平行样,样品数量应 满足分析要求的需要。

4.3 样品的保存与运输

4.3.1 样品保存

所采生物样品应放入双层聚乙烯袋中冷冻保存(-10°-20°),样品在未发生变质前测定,用于细菌学指标检测的样品,放入冰瓶冷藏(0°-4°) 保存且不得超过 24 h。

4.3.2 样品运输

样品采集后,若长途运输,需把样品放入冰箱中,始终让其处于低温状态并防止沾污。

5 生物质量样品的制备

5.1 贻贝样的制备

用塑料刀或塑料刷除去贝壳外部所有的附着物。用蒸馏水或清洁的海水漂洗每一个贻贝,让其自然流干,拉出足丝。用另一把塑料刀插入足丝伸出口,切开闭合肌,打开贻贝。用蒸馏水或清洁的表层海水洗贝壳内的软组织,用塑料刀和镊子取出软组织,让水流尽。于匀浆器中匀化样品,将匀浆样放回原塑料容器,再称重,并记录总重量,计算匀浆重。贴上样品标签,待测或冷冻保存。

5.2 甲壳类样品的制备

用塑料刀将腹部与头胸部及尾部分开,小心将其内脏从腹部取出,腿全部切除。将腹部翻下,用塑料刀沿腹部外甲边缘切开,用塑料镊子取下内侧外甲并弃去。用另一把塑料刀松动腹部肌肉,并用镊子取出肌肉。用镊子将肌肉移入塑料容器中,称重并记录鲜重。盖紧容器,贴上样品标签,待测或冷冻保存。

5.3 中小型鱼样制备

用蒸馏水或清洁表层海水洗涤鱼样,将它放在工作台上,用塑料刀切除胸鳍并切开背鳍附近自头至尾部的鱼皮。在鳃附近和尾部,横过鱼体各切一刀;在腹部,鳃和尾部两侧各切一刀。四刀只切在鱼体一侧,且不得切太深,以免切开内脏,沾污肉片。用镊子将鱼皮与肉片分离,谨防外表皮沾污肉片。用另一把塑料刀将肌肉与脊椎分离,并用镊子取下肌肉。将组织盛于塑料容器中,称重并记录重量。若一侧的肌肉量不能满足分析用量,取另一侧肌肉补充。用匀浆器匀化鱼组织,将匀浆转入已知重量的塑料容器中,盖紧,并称重,记下匀浆重和其他数据。贴上样品标签,待测或冷冻保存。

5.4 大型鱼样制备

若必要,将冷冻的样品放在 0℃~4℃冰箱中过夜,使部分解冻以便于切片。用蒸馏水或清洁海水洗涤鱼样,置于清洁的工作台上。剔除残存的皮和骨,用塑料刀切去表层,再用另一把塑料刀重复操作一次,留下不受污染的均匀的肌肉组织。将肌肉组织放入塑料容器中,盖紧,称重,将全部数据记入记录表,贴上样品标签,待测或冷冻保存。

6 生物质量样品的分析

6.1 方法选择

监测分析方法按照 HJ 442.1 的相关要求选择。常用现场测试和实验室分析方法参见附录 A。

6.2 方法验证

按照 HJ 442.1 的相关要求,在初次使用方法、条件发生变化时,需要开展方法的验证或确认并符合相关要求后,方可用于样品测定。

7 生物质量监测质量控制

7.1 基本要求

组织机构、人员、仪器设备等基本要求按照 HJ 442.1 相关规定执行。

7.2 样品采集质量控制

样品采集应避免采样工具对样品沾污,在获取单个样品不足以进行分析时,应采多个生物体用于试样的制备;运输和保存需要避免保存容器和保存条件对样品沾污,同时避免样品发生质变。

7.3 实验室质量控制

实验室的分析人员自控和实验室内部他控按以下要求进行。

- a) 按照要求,开展方法的验证和确认;
- b) 生物质量样品分析质量控制一般采用实验室平行样分析、标准样品分析等方法进行,方法有加标回收率要求的可采用加标回收样品控制,分析中应注意单个生物体和多个生物体样品的制备、样品前处理一致性等;
- c) 分析人员自控一般采用明码样控制,实验室他控可采用密码和明码两种方式;
- d) 实验室他控采用从分析样中按 HJ 442.4 表 2 比例随机抽取检查样,分别另编样品号,与原样品同等测试,开展实验室他控;
- e) 生物质量样品平行双样(包括抽查样)的相对偏差允许值,分析方法有要求的按分析方法要求执行,没有要求的参照 HJ 442.4 表 3 执行;每批实验室平行双样合格率在 90%以上,分析结果有效;合格率在 70%~90%时随机抽 30%的样品进行

复查,复查结果与原结果总合格率达 90%以上时,结果有效;合格率在 50%~70%时,应复查 50%的样品,累计合格率达 90%以上时,结果有效;合格率小于 50%时,应全部重新分析,直至结果合格为止;报送数据时,一般报送每个平行双样测定值或平行双样的均值,平行双样均值按计算按 HJ 442.2 相关规定执行;

- f) 实验室他控每批样品应插入 2~3 个海洋生物质量标准物质/标准样品或质控样进行分析,用于检验有无系统误差,样品数量较少时,不应少于 1 个;一般按照采用的标准方法要求,以及标准物质/标准样品或质控样标准范围判断;
- g) 分析人员参照 HJ168 和采用的分析方法,确定数据有效位数,确认数据有效位数的最后一位与检出限有效位数的最后一位一致,有效数字位数与要求一致;
- h) 实验室他控的数据审核参照 HJ 442.2 相关规定执行。

附录 A (资料性附录) 生物质量监测项目分析方法

近岸海域生物质量监测各项目的分析方法如表 A.1 所示。

表 A.1 生物质量监测项目分析方法

| 观测项目 | 推荐的分析方法 | 最多有 效位数 | 小数点后 最多位数 | 检出限(量) (w/10-6) | 采用标准 |
|---------------------|---------------|------------|--------------|--|------------------------|
| 石油烃 | 荧光分光光度法 | 3 | 1 | 0.2 | GB 17378.6-2007(13) |
| | 冷原子吸收法 | 3 | 2 | 0.01 | GB 17378.6-2007(5.2) |
| 汞 | 原子荧光法 | 3 | 3 | 0.002 | GB 17378.6-2007(5.1) |
| | 测汞仪法 | 3 | - | 5×10-6 | HY/T 147.3 |
| Н | 无火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 1 | 0.4 | GB 17378.6-2007(6.1) |
| 铜 | 火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 1 | 2.0 | GB 17378.6-2007(6.3) |
| 镉 | 无火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 3 | 0.005 | GB 17378.6-2007(8.1) |
| 铅 | 无火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 2 | 0.04 | GB 17378.6-2007(7.1) |
| | 无火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 2 | 0.04 | GB 7378.6-2007(10.1) |
| 铬 | 二苯碳酰二肼分光光度法 | 3 | 2 | 0.40 | GB 7378.6-2007(10.2) |
| 锌 | 火焰原子吸收分光光度法 | 3 | 1 | 0.4 | GB 17378.6-2007(9.1) |
| | 氢化物-原子吸收分光光度法 | 3 | 1 | 0.4 | GB 17378.6-2007 (11.3) |
| 砷 | 原子荧光法 | 3 | 1 | 0.2 | GB 17378.6-2007(11.1) |
| 铜、铅、锌、镉、铬、锰、镍、砷、铝、铁 | 电感耦合等离子体质谱法 | 3 | - | 3×10 ⁻⁵ ∼ 2.8×10 ⁻³ | HY/T 147.3-2013 (6) |
| 六六六 | 气相色谱法 | 3 | - | 3 pg∼9 pg | GB 17378.6-2007 (14) |
| 滴滴涕 | 气相色谱法 | 3 | - | 5 pg∼40 pg | GB 17378.6-2007 (14) |
| 酞酸酯类化 | 气相色谱/质谱联用法 | 3 | - | 均为 5.0×10 ⁻³ | HY/T 147.3-2013 (8.1) |
| 合物 | 气相色谱法 | 3 | - | 2.0×10 ⁻³ 和 8.0×10 ⁻³ | HY/T 147.3-2013 (8.2) |
| 有机磷农药 | 气相色谱法 | 3 | - | 3×10 ⁻⁴ ~ 4.5×10 ⁻³ | HY/T 147.3-2013 (9) |
| 有机锡 | 气相色谱法 | 3 | - | 3×10 ⁻⁴ ~6×10 ⁻⁴ | HY/T 147.3-2013 (10) |

| 观测项目 | 推荐的分析方法 | 最多有 效位数 | 小数点后 最多位数 | 检出限(量) (u/10-6) | 采用标准 |
|-------|---------------|------------|--------------|--|-----------------------|
| 多溴联苯醚 | 气相色谱质谱法 | 3 | - | 1×10 ⁻⁵ ~2×10 ⁻⁵ | HY/T 147.3-2013(11) |
| 夕复以廿 | 气相色谱法 | 3 | - | 43.1 pg | GB 17378.6-2007 (15) |
| 多氯联苯 | 气相色谱质谱法 | 3 | - | 0.5 μg/kg (定量限) | GB 5009.190-2014 |
| | 高效液相色谱法-紫外检测器 | 3 | - | 1.0×10 ⁻³ ~ 6.0×10 ⁻² | HY/T 147.3-2013 (7.3) |
| 多环芳烃 | 气相色谱质谱法 | 3 | - | 5×10 ⁻⁴ ~ 1.0×10 ⁻³ | HY/T 147.3-2013 (7.1) |
| | 气相色谱法 | 3 | - | 4×10 ⁻⁴ ∼ 2.18×10 ⁻² | HY/T 147.3-2013 (7.2) |
| 麻痹性贝毒 | 小白鼠实验 | - | - | - | GB 17378.7-2007 (14) |
| 腹泻性贝毒 | 小白鼠实验 | - | - | - | HY/T 069 |
| 神经性贝毒 | 小白鼠实验 | - | - | - | HY/T 069 |
| 失忆性贝毒 | 小白鼠实验 | - | - | - | HY/T 069 |
| 西加鱼毒 | 小白鼠实验 | - | - | - | HY/T 069 |