

**农用地土壤污染状况详查  
质量保证与质量控制技术规定**

(送审稿修改版)

二〇一七年二月



# 目 录

1 适用范围 .....	1
2 术语与定义 .....	1
2.1 密码平行样 .....	1
2.2 统一监控样 .....	1
3 总则 .....	1
4 样品采集 .....	2
5 样品制备 .....	3
6 样品流转 .....	4
7 样品保存 .....	4
8 检测样品二次编码 .....	5
9 样品分析测试 .....	5
9.1 分析方法的选择与确认 .....	5
9.2 实验室内部质量控制 .....	6
9.3 实验室外部质量控制 .....	11
9.4 样品分析测试质量评估 .....	12
10 分析测试结果报告 .....	13
11 质量监督检查 .....	13
附录 A 资料性附录 .....	15
附录 B 样品采集与制备等相关质量控制记录表格 .....	16
附录 C 实验室分析测试相关质量控制记录表格 .....	20
附录 D 详查样品分析测试结果统计报送表格 .....	22

# 农用地土壤污染状况详查质量保证与质量控制技术规定

## 1 适用范围

本技术规定是对农用地土壤污染状况详查（以下简称详查）样品采集、制备、流转、保存、分析测试、结果报告等过程质量保证和质量控制的基本要求。

本技术规定适用于详查样品的采集、制备、流转、保存、分析测试、结果报告等过程的质量保证与质量控制。

## 2 术语与定义

### 2.1 密码平行样

在指定的详查平行样采样点位，采集实际环境样品制成的一种详查分析测试精密度外部质量控制样品。

### 2.2 统一监控样

由专业机构根据详查质量保证与质量控制工作的需要，专门制备的一种详查分析测试准确度外部质量监控样品。该样品足够均匀和稳定，其指定值由专业机构按照标准物质定值程序赋值，或根据各检测实验室的检测结果采用稳健统计方法确定。

## 3 总则

3.1 各省（区、市）质量控制实验室应按照本省（区、市）详查实施方案和本规定制订本省（区、市）详查质量保证与质量控制工作方案。

3.2 承担详查样品采集、制备、流转、保存、分析测试等任务的单位应建立健全质量审核制度，其主要技术人员和质量管理人员应接受国家或省级详查工作管理机构统一组织的技术培训，掌握详查相关技术规定和管理要求。

3.3 承担详查样品采集、制备、流转、保存、分析测试等任务的单位应按照本技术规定，制订和实施内部质量控制计划，从严落实全过程质量控制措施，并自觉接受国家或省级详查工作管理机构统一组织的质量监督检查（简称“质量检查”）。

3.4 承担详查样品采集、制备、流转、保存、分析测试等任务的单位应在完成主要工作任务时提交工作质量自评估报告，各省（区、市）质量控制实验室应负责编制本省（区、市）详查质量保证与质量控制工作报告。

3.5 各级详查质量监督检查人员应客观、公正地开展详查质量检查工作，如实记录检查工作情况。对质量检查中发现的不符合要求的情况，被检查单位和有关责任人员应

及时采取纠正和预防控制措施。

#### 4 样品采集

4.1 应严格按照《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》和《农产品样品采集流转制备和保存技术规定》开展土壤和农产品样品采集和保存。

4.2 采样质量检查包括采样现场检查 and 采样文件资料检查。

4.2.1 采样现场检查内容主要包括：

- a) 采样点检查：样点的代表性与合理性、采样位置的正确性等；
- b) 采样方法检查：采样深度、多点混合采样方法等；
- c) 采样记录检查：样品编号、样点坐标、样品特征、采样点的照片及环境描述的真实性、完整性等；

d) 样品检查：样品组成、样品重量和数量、样品标签、样品容器材质、样品防玷污措施、记录表一致性等；

e) 样品交接检查：样品交接程序、交接单填写是否规范、完整等。

4.2.2 采样文件资料检查内容主要包括：

a) 采样点现场照片和位图检查：样点的合理性、实际采样位置相比计划点位位移情况；

b) 记录表检查：记录表填写内容完整性和正确性、纸质记录表的装订情况；

c) 样品贮存场所检查：样品存放防玷污、防腐、防虫等措施、样品入库管理措施等。

4.3 采样质量检查分采样小组、采样单位和质量控制实验室三级质量检查。农产品样品采集受到成熟期时间限制，三级质量检查应在成熟期内完成。每个采样小组应指定 1 名兼职质量检查员，负责对本小组采样工作进行自检；每个采样单位应指定至少 1 名专职的采样质量监督员，负责对本单位采样工作质量进行检查。

4.3.1 采样小组开展自检要求应达到 100%；

4.3.2 采样单位开展采样现场检查、采样文件资料检查要求分别达到总工作量的 5% 和 10%；

4.3.3 质量控制实验室开展采样现场检查、采样文件资料检查要求分别达到总工作量的 0.5%~1% 和 2%~5%。

4.4 对检查中发现的问题，质量监督检查人员应及时向有关责任人指出，并根据问题的严重程度督促其采取适当的纠正和预防措施。如采样小组或采样单位存有未在规定的采样点位区域采集土壤或农产品样品、未按规定的采样方法采集土壤或农产品样品、采样量未达到规定要求、样品标识不清或样品包装破损等严重质量问题：

对采样小组：采样单位应将对发现严重质量问题的采样小组的质量检查比例提高 1 倍，如仍然发现存在严重质量问题，采样单位应要求该采样小组重新采集最近两次检查

期间采集的所有样品，或安排其他合格的采样小组重新采集相关样品；如未发现新的严重质量问题，该采样小组应重新采集本次发现有严重质量问题的所有样品。

对采样单位：质量控制实验室应将对发现严重质量问题的采样单位的质量检查比例提高 2 倍，如仍然发现存在严重质量问题，质量控制实验室应要求该采样单位重新采集最近两次检查期间采集的所有样品，或安排其他合格的采样单位重新采集相关样品；如未发现新的严重质量问题，该采样单位应重新采集本次发现有严重质量问题的所有样品。

4.5 采样现场检查结果和采样文件资料检查结果应分别记录于详查采样现场检查登记表（见附录 B 表 B-1）和采样文件资料检查登记表（见附录 B 表 B-2）。质量检查人员应依据采样质量检查情况对样品采集工作质量进行综合评价。

4.6 各省（区、市）质量控制实验室除在详查期间进行例行质量检查外，在详查采样工作阶段性结束之前，要按照任务合同书的要求进行全面采样质量检查，并对各采样单位的工作质量进行评价。

## 5 样品制备

5.1 应严格按照《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》和《农产品样品采集流转制备和保存技术规定》开展土壤和农产品样品制备（简称“制样”）和保存。

5.2 制样质量检查内容主要包括：

- a) 制样场所检查：影像监控设备、环境条件、防污染措施是否齐备；
- b) 制样工具检查：磨样设备、样品筛及辅助制样工具等是否齐全、完好，分装容器材质规格是否满足技术要求，磨样设备是否正常运转和定期维护，制样工具在每次样品制备完成后是否及时清洗干净；
- c) 制样流程检查：样品干燥、破碎、研磨、筛分、混匀、缩分、装瓶过程是否规范；
- d) 已加工样品抽查：样品瓶标签、样品重量和数量、样品粒度（重新过筛后筛上残留样品量）、样品包装和保存是否规范；
- e) 制样原始记录检查：影像监控记录的完整性、记录表填写内容完整性和准确性、是否是随时记录。

5.3 制样质量检查分制样小组、制样单位和质量控制实验室三级质量检查。

5.3.1 制样小组开展自检要求为 100%；

5.3.2 制样单位开展制样质量检查要求达到总工作量的 5%；

5.3.3 质量控制实验室开展制样质量检查要求达到总工作量 0.5%~1%。

5.4 对检查中发现的问题，质量监督检查人员应及时向有关责任人指出，并根据问题的严重程度督促其采取适当的纠正和预防措施。如制样小组或制样单位存在未按规定的方法制备土壤或农产品样品、未采取有效的环境条件控制措施防止样品在制备和加工过程发生玷污、已加工样品的样品重量或粒度未达到规定要求、样品标识不清或样

品包装容器不符合规定要求、不能提供完整的样品制备影像监控记录等严重质量问题：

对制样小组：制样单位应对发现严重质量问题的制样小组的质量检查比例提高 1 倍，如未发现新的严重质量问题，制样单位应要求该制样小组重新制备发生严重质量问题当日制备完成的所有样品；如仍然发现存在严重质量问题，制样单位应要求该制样小组重新制备最近两次检查期间制备的所有样品，或安排其他合格的制样小组重新制备相关样品。

对制样单位：质量控制实验室应对发现严重质量问题的制样单位的质量检查比例提高 2 倍，如未发现新的严重质量问题，质量控制实验室应要求该制样单位重新制备发生严重质量问题当日完成的所有样品；如仍然发现存在严重质量问题，质量控制实验室应要求该制样单位重新制备最近两次检查期间制备的所有样品，或安排其他合格的制样单位重新制备相关样品。

5.5 制样质量检查结果应记录于样品制备加工检查登记表（见附录 B 表 B-3），质量检查人员应依据制样检查情况对制样工作质量进行综合评述。

5.6 各省（区、市）质量控制实验室除在详查期间进行例行质量检查外，在详查制样工作阶段性结束之前，要按照任务合同书的要求进行全面质量检查，并对各制样单位的工作质量进行评价。

## 6 样品流转

6.1 负责样品流转的送样单位应严格按照《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》和《农产品样品采集流转制备和保存技术规定》有序开展样品流转。

6.2 负责样品接收的单位（简称“接样单位”）在样品交接过程中，应对接收样品的质量状况进行检查，检查内容主要包括：样品标识、样品重量、样品数量、样品包装容器、保存温度、样品应送达时限等。

6.3 在样品交接过程，接样单位如发现送交样品有下列严重质量问题，应拒收样品，并及时通知本省（区、市）质量控制实验室：

- a) 样品无编号或编号混乱或有重号；
- b) 样品在运输过程中受到破损或玷污；
- c) 样品重量或数量不符合规定要求；
- d) 样品采集后保存时间已超出规定的送检时间；
- e) 样品交接时的保存温度等不符合规定要求。

6.4 样品经验收合格后，接样单位样品管理员应在样品质量验收记录表（见附录 B 表 B-4）上签字，注明收样日期，并返回一份给送样单位。

## 7 样品保存

7.1 负责详查样品采集、制备、流转和检测的各单位应配备样品管理员，严格按照

《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》、《农产品样品采集流转制备和保存技术规定》、《全国土壤污染状况详查土壤样品分析方法技术规定》和《全国土壤污染状况详查农产品样品分析方法技术规定》保存所有详查样品及详查样品提取液。

7.2 质量检查人员应对样品标识、包装容器、样品状态保存环境条件监控等进行监督检查并予以记录（见附录 B 表 B-5）。

7.3 对检查中发现的问题，质量检查人员应及时向有关责任人指出，并根据问题的严重程度督促其采取适当的纠正和预防措施。当在样品采集、制备、流转和检测过程发现但不限于下列严重质量问题时，应重新开展相关工作：

- a) 未按规定的保存方法保存土壤或农产品样品；
- b) 未采取有效的环境条件控制措施防止样品在保存过程被玷污。

## 8 检测样品二次编码

8.1 各省（区、市）质量控制实验室负责制订本省（区、市）详查送检样品的二次编码规则。

8.1.1 土壤和农产品样品应分别进行二次编码。

8.1.2 用于重金属等无机污染物分析测试的送检样品，按一定数量（不大于 50）编为一个小批，每小批应随机插入外部质量控制的密码平行样和统一监控样各 1 个；

8.1.3 用于多环芳烃等有机污染物分析测试的样品，按一定数量（不大于 20）编为一个小批，每小批应随机插入外部质量控制的密码平行样 1 个；可能时，每小批随机插入外部质量控制的统一监控样 1 个。

8.2 各省（区、市）设置的样品流转中心负责对详查送检样品进行二次编码。

8.2.1 送检样品二次编码应力求简单明了，并确保唯一、可追溯。

8.2.2 二次编码应在随样品发给检测实验室的同时报送本省（区、市）质量控制实验室和国家土壤污染状况详查信息化管理平台。

8.3 检测实验室在收到详查样品分析测试时，可按本实验室的规定标识样品分析测试编号。

## 9 样品分析测试

详查样品分析测试质量保证与质量控制工作以统一筛选检测实验室和统一采用规定的分析测试方法为基础，同步实施实验室内部和外部各项质量控制要求，各级质量检查人员应按内部和外部质量控制要求进行检查。

### 9.1 分析方法的选择与确认

9.1.1 检测实验室应根据实际装备情况选用《全国土壤污染状况详查土壤样品分析方法技术规定》和《全国土壤污染状况详查农产品样品分析方法技术规定》中推荐的分析方法（包括样品前处理方法）开展详查样品分析测试工作，不允许使用非推荐的分析方



法。

9.1.2 检测实验室应在正式开展详查样品分析测试任务之前，参照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2010）的有关要求，完成对所选用分析测试方法的实验室内方法确认，并形成相关质量记录。必要时，应建立实验室分析测试方法的作业指导书。

## 9.2 实验室内部质量控制

### 9.2.1 空白试验

9.2.1.1 空白试验一般随样品分析一起做，分析测试方法有规定的，按分析测试方法的规定进行空白试验；分析测试方法无规定的，实验室空白试验一般每批样品或每 20 个样品应至少做 1 次。空白试验记录表见附录 C 表 C-1

9.2.1.2 空白样品分析结果一般应低于方法检测限。若空白分析结果低于方法检出限，则可忽略不计；若空白分析结果略高于方法检测限但比较稳定，可进行多次重复试验，计算空白分析平均值并从样品分析结果中扣除；若空白分析结果明显超过正常值，则表明分析测试过程有严重污染，样品分析结果不可靠，实验室应查找原因，重新对样品进行分析。

### 9.2.2 定量校准

#### 9.2.2.1 标准物质

分析仪器校准应首先选用有证标准物质。但当没有合适有证标准物质时，也可用纯度较高（一般不低于 98%）、性质稳定的化学试剂直接配制仪器校准用标准溶液。

#### 9.2.2.2 校准曲线

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，且最低点浓度应在接近方法报告限的水平，校准曲线相关系数（ $r^2$ ）应  $>0.99$ 。分析人员进行内部质量控制时，可与过去所绘制的校准曲线斜率、截距、空白大小等进行比较，判断是否正常。不得使用不合格的校准曲线。

#### 9.2.2.3 仪器稳定性检查

连续进样分析时，每分析 20 个样品，应分析一次校准曲线中间浓度点，确认分析仪器灵敏度变化与绘制校准曲线时的灵敏度差别。原则上，重金属等无机污染物分析的相对偏差应控制在 10% 以内，多环芳烃等有机污染物分析的相对偏差应控制在 20% 以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并全部重新分析该批样品。当用混合标准溶液做校准曲线校核时，单次分析不得有 5% 以上的检测项目超过规定的相对偏差。

### 9.2.3 精密度控制

9.2.3.1 每批样品分析时，每个检测项目（除挥发性有机物外）均须做平行双样分析。当批分析样品数  $\geq 20$  个时，应随机抽取 5% 的样品做平行分析；当批样品数  $< 20$  个时，

应至少随机抽取 1 个样品做平行分析。

9.2.3.2 平行双样分析可由检测实验室分析人员自行编入明码平行样,或由本实验室质控人员编入密码平行样,两者等效,不必重复。

9.2.3.3 平行双样分析的相对偏差 (RD) 在允许范围内为合格。RD 计算公式如下:

$$RD(\%) = \frac{|A - B|}{A + B} \times 100$$

RD 记录表见附录 C 表 C-2。土壤和农产品样品中主要污染物分析精密度控制范围分别见表 1 和表 2,土壤样品中其他未列明的污染物分析精密度控制范围参见表 3。

平行双样分析合格率按单个检测项目进行统计,计算公式如下:

$$\text{合格率}(\%) = \frac{\text{合格样品数}}{\text{总分析样品数}} \times 100$$

合格率记录表见附录 C 表 C-3。当平行双样分析合格率小于 95%时,除对不合格结果重新分析外,应再增加 5%~15%的平行双样分析比例,直至总合格率达到 95%。

#### 9.2.4 准确度控制

##### 9.2.4.1 使用有证标准物质

a) 当具备与被测样品基体相同或类似的有证标准物质时,应在每批样品分析时同步插入有证标准物质样品进行分析。当批分析样品数 $\geq 20$ 个时,按样品数 5%比例插入标准物质样品;当批分析样品数 $< 20$ 个时,应至少插入 1 个标准物质样品。

b) 当有证标准物质证书中给出的总不确定度是基于多组定值数据的总标准偏差时,单次分析标准物质样品的保证值范围为“标准值(或认定值) $\pm$ 总不确定度”;当有证标准物质证书中给出的总不确定度是基于每组定值数据平均值的标准偏差时,单次分析标准物质样品的保证值范围为“标准值(或认定值) $\pm 2.83 \times$ 总不确定度”。

c) 对有证标准物质分析的合格率应达到 100%。当分析有证标准物质样品的结果落在保证值范围内时,可判定该批样品分析测试准确度合格;若未能落在保证值范围内则判定为不合格,应查明其原因,立即实施纠正措施,并对该批样品和该标准物质重新分析核查。

d) 对有证标准物质分析的结果记录见附录 C 表 C-4,准确度控制合格率记录见附录 C 表 C-6。

##### 9.2.4.2 加标回收率试验

a) 当没有合适的基体有证标准物质时,应采用基体加标回收率试验对准确度进行控制。每批同类型试样中,应随机抽取 5%试样进行加标回收分析。当批样品数 $< 20$ 个时,加标试样不得少于 1 个。此外,在进行有机污染物样品分析时,最好能进行替代物加标回收试验,每个分析批次,至少应做 1 个替代物加标回收试验。

表 1 土壤检测平行双样分析的精密度和准确度允许差

检测项目	含量范围 (mg/kg)	精密度		准确度		
		室内相对偏 差 (%)	室间相对偏 差 (%)	加标回收 率 (%)	室内相对误 差 (%)	室间相对误 差 (%)
总镉	<0.1	30	35	75~110	±30	±35
	0.1~0.4	20	25	85~110	±20	±25
	>0.4	15	20	90~105	±15	±20
总汞	<0.1	30	35	75~110	±30	±35
	0.1~0.4	25	30	85~110	±25	±30
	>0.4	20	25	90~105	±20	±25
总砷	<10	20	30	85~105	±20	±30
	10~20	15	20	90~105	±15	±20
	>20	10	15	90~105	±10	±15
总铜	<20	20	25	85~105	±20	±25
	20~30	15	20	90~105	±15	±20
	>30	10	15	90~105	±10	±15
总铅	<20	20	25	80~110	±20	±25
	20~40	15	20	85~110	±15	±20
	>40	10	15	90~105	±10	±15
总铬	<50	20	25	85~110	±20	±25
	50~90	15	20	85~110	±15	±20
	>90	10	15	90~105	±10	±15
总锌	<50	20	25	85~110	±20	±25
	50~90	15	20	85~110	±15	±20
	>90	10	15	90~105	±10	±15
总镍	<20	20	25	80~110	±20	±25
	20~40	15	20	85~110	±15	±20
	>40	10	15	90~105	±10	±15

表 2 农产品检测平行双样分析的精密度和准确度允许差

检测项目	含量范围 (mg/kg)	精密度		准确度		
		室内相对标准偏差 (%)	室间相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)	室内相对误差 (%)	室间相对误差 (%)
总镉	<0.1	35	40	75~110	±35	±40
	0.1~0.2	30	35	85~110	±30	±35
	>0.2	25	30	90~105	±25	±30
总汞	<0.1	35	40	75~110	±35	±40
	0.1~0.2	30	35	85~110	±30	±35
	>0.2	25	30	90~105	±25	±30
总砷	<0.1	35	40	90~105	±35	±40
	0.1~1.0	30	35	90~105	±30	±35
	>1.0	25	30	90~105	±25	±30
总铜	<20	20	30	90~105	±20	±30
	20~30	15	25	90~105	±15	±25
	>30	15	20	90~105	±15	±20
总铅	<0.1	35	40	85~110	±35	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±30	±35
	>1.0	25	30	90~105	±25	±30
总铬	<0.1	35	40	85~110	±35	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±30	±35
	>1.0	25	30	90~105	±25	±30
总锌	<50	25	30	85~110	±25	±30
	50~90	20	30	85~110	±20	±30
	>90	15	25	90~105	±15	±25
总镍	<0.1	35	40	85~110	±35	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±30	±35
	>1.0	25	30	90~105	±25	±30

表 3 土壤样品平行双样分析最大允许相对偏差与加标回收率范围

监测项目	含量范围	最大允许相对偏差 (%)	加标回收率 (%)	适用的分析方法
无机元素	≤10MDL	30	80~120	AAS、ICP-AES、 ICP-MS
	>10MDL	20	90~110	
挥发性有机物	≤10MDL	50	70~130	GC、GC-MSD
	>10MDL	25		
半挥发性有机物	≤10MDL	50	60~140	GC、GC-MSD
	>10MDL	30		
难挥发性有机物	≤10MDL	50	60~140	GC、GC-MSD
	>10MDL	30		

注：  
 1) MDL—方法检测限；AAS—原子吸收法；ICP-AES—电感耦合等离子体发射光谱法；ICP-MS—电感耦合等离子体质谱法；GC—气相色谱法；GC-MSD—气相色谱质谱法。  
 2) 本表为一般性要求，凡在《土壤样品分析测试方法技术规定》中有明确要求的监测项目，执行分析方法技术规定的有关要求。

b) 基体加标和替代物加标回收试验应在样品前处理之前加标，加标样品与试样应在相同的前处理和分析条件下进行分析。加标量可视被测组分含量而定，含量高的可加入被测组分含量的 0.5~1.0 倍，含量低的可加 2~3 倍，但加标后被测组分的总量不得超出分析方法的测定上限。

c) 土壤和农产品样品中主要污染物的基体加标回收率允许范围参见表 1 和表 2，土壤样品中其他未具体列明污染物的基体加标回收率允许范围参见表 3。当基体加标回收率落在规定的允许范围内时可判定准确度控制合格，若不能落在允许范围内则判定为不合格，表明该批样品的分析测试数据无效，实验室应对该批样品重新进行检测。加标回收率试验结果记录见附录 C 表 C-5，准确度控制合格率记录见附录 C 表 C-6。

#### 9.2.4.3 绘制准确度控制图

a) 必要时，检测实验室可绘制准确度控制图对样品分析测试质量的变动进行监控。

b) 准确度控制图可通过多次分析所用质控样品获得的均值 ( $\bar{x}$  错误!未指定书签。)与标准偏差 (s) 进行绘制，即在 95% 的置信水平，以  $\bar{x}$  作为中心线、 $\bar{x} \pm 2s$  作为上下警告线、 $\bar{x} \pm 3s$  作为上下控制线绘制。

c) 每批样品分析所带质控样品的测定值落在中心线附近、上下警告线之内，则表示分析正常，此批样品分析结果可靠；如果测定值落在上下控制线之外，表示分析失控，分析结果不可信，应检查原因，采取纠正措施后重新分析；如果测定值落在上下警告线和上下控制线之间，表示分析结果虽可接受，但有失控倾向，应予以注意。

#### 9.2.5 异常和临界检测结果的复检

9.2.5.1 每批送检土壤样品分析完毕后,检测实验室应对检测结果明显低于土壤环境背景值的所有样品进行复检;对检测结果超过评价标准限值(附录 A 表 A-1)5 倍以上和处于评价标准限值±10%以内的样品进行抽检,抽查比例不少于 10%。

9.2.5.2 每批送检农产品样品分析完毕后,检测实验室应对检测结果超过评价标准限值(附录 A 表 A-2)的所有样品进行复检。

9.2.5.3 对复检样品,应按 9.2.3 的有关要求统计计算复检合格率。

## 9.2.6 分析测试数据记录与审核

9.2.6.1 检测实验室应保证分析测试数据的完整性,确保全面、客观地反映检测结果,不得选择性地舍弃数据,人为干预检测结果。

9.2.6.2 检测人员应对原始数据和复制数据进行校核。对发现的可疑数据,应与样品分析测试原始记录进行校对。

9.2.6.3 分析测试原始记录应有检测人员和审核人员的签名。检测人员负责填写原始记录;审核人员应检查数据记录是否完整、抄写或录入计算机时是否有误、数据是否异常等,并考虑以下因素:分析方法、分析条件、数据的有效位数、数据计算和处理过程、法定计量单位和质量控制数据等。

9.2.6.4 审核人员应对数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核。

## 9.2.7 检测结果的表示

9.2.7.1 详查样品分析测试结果应按照分析方法规定的有效数字和法定计量单位进行表述。

9.2.7.2 平行样的分析结果在允许差范围内时,用其平均值报告检测结果。

9.2.7.3 一组分析数据用 Grubbs、Dixon 检验法剔除离群值后以平均值报告检测结果。

9.2.7.4 分析结果低于方法检出限时,用“ND”表示,并注明“ND”表示未检出,同时给出方法检出限值。

9.2.7.5 需要时,应给出检测结果的不确定度范围。

## 9.3 实验室外部质量控制

详查实验室外部质量控制主要通过详查样品中随机插入密码平行样和统一监控样对检测实验室样品分析测试过程进行外部质量控制。必要时,采用留样复检、实验室间比对等其它外部质量控制措施。

### 9.3.1 密码平行样分析

9.3.1.1 采用干样分析的检测项目,如土壤和农产品中重金属等无机污染物,密码平行样由制样人员在制样单位将加工完成的详查样品混匀后以四分法制备而成;采用鲜样分析的检测项目,如土壤中多环芳烃等有机污染物,密码平行样由采样人员将同一采样点位采集的所有样品在采样现场剔除异物、混匀后以四分法制备而成。

9.3.1.2 每个密码平行样采样点位除详查样品之外，须制备两份密码平行样。一份随详查样品一起交承担详查样品分析测试任务的检测实验室进行检测，另一份由质量控制实验室或委托另一检测实验室进行比对分析。

9.3.1.3 通过比较实验室内和实验室间检测结果的一致性进行详查精密度外部质量监控。

### **9.3.2 统一监控样分析**

9.3.2.1 统一监控样随详查样品一起交承担详查样品分析测试任务的检测实验室，并要求检测实验室与该批次详查样品一起进行检测，每个统一监控样提供样品量仅限于进行 1 次检测。

9.3.2.2 通过比较实验室检测结果与统一监控样指定值的一致性进行详查准确度外部质量监控。

### **9.3.3 留样复检**

9.3.3.1 检测实验室应按规定要求妥善保存已完成检测的留存样品或样品提取液。

9.3.3.2 必要时，国家和各省（区、市）质量控制实验室可要求检测实验室对留存样品进行复检。

### **9.3.4 实验室间比对**

9.3.4.1 详查期间，国家详查工作管理机构根据详查样品分析测试数据质量情况有针对性地组织开展全国实验室间分析测试比对活动，原则上每年不少于 1 次。

9.3.4.2 各省（区、市）质量控制实验室可根据本省（区、市）详查样品分析测试数据质量情况有针对性地组织开展本省（区、市）实验室间分析测试比对活动。

## **9.4 样品分析测试质量评估**

### **9.4.1 实验室内部质量评估**

每个检测实验室在完成每项详查样品分析测试合同任务时，应对其最终报出的所有样品分析测试结果的可靠性和合理性进行全面、综合的质量评估，并提交质量评估总结报告。报告内容包括：

- a) 承担的任务基本情况介绍；
- b) 选用的分析测试方法；
- c) 本实验室开展方法确认所获得的检出限、精密度和准确度；
- d) 样品分析测试精密度控制合格率（要求达到 95%）；
- e) 样品分析测试准确度控制合格率（要求达到 100%）；
- f) 异常样品重复检验合格率（要求达到 95%）；
- g) 为保证样品分析测试质量所采取的各项措施；
- h) 总体质量评价。

### **9.4.2 实验室外部质量评估**

#### 9.4.2.1 密码平行样分析结果质量评估

a) 对密码平行样在实验室内和实验室间检测结果的质量，主要通过由检测结果获得的污染状况评价结果的一致性进行评价。即无论实验室内还是实验室间，只要依据两个检测结果获得的污染状况评价结果同为不超标、或者超标相同的倍数，即可简单认为两个检测结果的精密度可接受；当由检测结果获得的污染状况评价结果不一致时，应按照平行双样最大允许差（参见 9.2.3）进行评价，在最大允许差范围内为可接受结果，否则为不合格结果。

b) 按合同任务批次统计，实验室内密码平行样累积检测质量合格率应达到 95%，实验室间密码平行样累积检测质量合格率应达到 90%。

#### 9.4.2.2 统一监控样分析结果的质量评估

a) 对统一监控样检测结果的质量主要通过指定值的相对误差进行评价，在最大允许误差范围内的检测结果为合格结果，否则为不合格结果。

b) 实验室对统一监控样检测质量合格率的要求为：无机、有机检测项目分别以实验室分析测试完成的 100 件和 250 件统一监控样为一个统计单位，单个项目的累积合格率应达到 90%。

#### 9.4.2.3 留样复检结果质量评估

按 9.2.3 有关要求统计计算留样复检合格率，要求实验室单个项目留样复检合格率应达到 95%。

### 10 分析测试结果报告

10.1 检测实验室每检测完成一批详查送检样品，应在检测完成后一周内向国家土壤污染状况详查信息化管理平台上报检测结果。

10.2 检测实验室除按本实验室的规定编制正式的检测报告之外，还应按照本规定给出的详查样品分析测试结果报表格式（见附录 D）编制检测结果统计报表。

### 11 质量监督检查

11.1 详查期间，国家详查工作管理机构和各省（区、市）质量控制实验室将分别组织专家前往详查样品采集、流转、制备、保存和检测工作现场开展质量监督飞行检查。

11.1.1 国家对全国所有承担详查样品采集、流转、制备、保存和检测工作任务的单位应至少进行 1 次现场监督检查；

11.1.2 各省（区、市）质量控制实验室应对所有承担本省（区、市）详查工作任务的单位至少每季度进行 1 次现场监督检查。

11.1.3 必要时，适时调整并加大质量监督检查频次。

11.2 质量监督检查一旦发现存在严重质量问题，被检查单位应立即停止详查有关工作，并进行整改。情节特别严重者，将予以通报批评。





附录 A 资料性附录

表 A-1、农用地（耕地、园地、草地）土壤污染物含量限值

序号	污染物项目		含量限值 (mg/kg)			
			pH≤5.5	5.5<pH≤6.5	6.5<pH≤7.5	pH>7.5
1	总镉		0.30	0.40	0.50	0.60
2	总汞		0.30	0.30	0.50	1.0
3	总砷	水田	30	30	25	20
		其他	40	40	30	25
4	总铅		80	120	160	200
5	总铬	水田	250	250	300	350
		其他	150	150	200	250
6	总铜	果园	150	150	200	200
		其他	50	50	100	100
7	总镍		40	40	50	60
8	总锌		200	200	250	300
9	总锰		1200			
10	总钴		24			
11	总硒		3.0			
12	总钒		150			
13	总铈		3.0			
14	总铊		1.0			
15	总钼		6.0			
16	氟化物(水溶性)		5.0			
17	苯并[a]芘		0.10			
18	六六六总量		0.10			
19	滴滴涕总量		0.10			
20	石油烃总量		500			
21	邻苯二甲酸酯类总量		10			

注：数据来自 GB 15618-2018《农用地土壤环境质量标准》（三次征求意见稿）。

表 A-2、谷物及其制品中污染物限量值表

序号	污染物		标准限量值(mg/kg)
1	铅（以 Pb 计）		0.2
2	镉（以 Cd 计）	小麦	0.1
		水稻	0.2
3	总汞（以 Hg 计）		0.02
4	总砷（以 As 计）	小麦	0.5
		水稻	0.2
5	铬（以 Cr 计）		1.0
6	铜（以 Cu 计）		10
7	锌（以 Zn 计）		50

注：数据来自《食品安全国家标准 食品中污染物限量》（GB 2762-2012）和《粮食（含谷物、豆类、薯类）及制品中铅、铬、镉、汞、硒、砷、铜、锌等八种元素限量》（NY 861-2004）。

附录 B 样品采集与制备等相关质量控制记录表格

表 B-1 采样现场检查登记表

采样地区：\_\_\_\_\_省\_\_\_\_\_市\_\_\_\_\_县

检查日期	样点号	采样点位的合理性 与代表性	点位检查				点位布设 图与实际 点位一致 性	采样方法	采样深度	记录一致性			备注
			X	Y	误差/ 米	现场 照片				记录缺项目	记录错项	记录不清	
改正情况								审核					
注：点位误差栏里的 X、Y 坐标为现场检查坐标，误差项为实地检查坐标与原采样坐标之差值，其他各检查项均用文字记录													

采样小组：\_\_\_\_\_ 检查者：\_\_\_\_\_

表 B-2 采样文件资料检查登记表

采样地区：\_\_\_\_\_省\_\_\_\_\_市\_\_\_\_\_县

检查日期		受检记录员	受检采样员	检查的样号	图、照片、记录表、样品一致性	点位布置图			记录表			样品				总体评价
月	日					与航迹图一致性	布点合理性	丢失点位	漏记项目	错记项目	清晰度	错号	样品物质组成	原样重量	原样质量	
改正情况													审核			
注：分别按照检查内容填写，点位图、样品检查存在问题均用文字记录；记录表检查登记存在问题的项目栏。																

检查人：

检查组长：

表 B-3 样品制备加工检查登记表

制样日期:

制样小组编号:

样品 编号	制样场所			制样工具			制样流程						已加工样品				制样记录(含影 像记录)		发现的问题及处 理意见
	影像 监控 设备	环境 条件	防污 染措 施	磨样 设备	样品 筛	分装 容器	干 燥	研 磨	筛 分	混 匀	缩 分	装 瓶	标 签	重 量	粒 度	容 器	完整 性	及时 性	
改进 情况																			
注：用文字记录检查发现问题。																			

加工者:

检查者:

表 B-4 样品质量验收记录表

送样单位：\_\_\_\_\_ 送样负责人：\_\_\_\_\_ 送样日期：\_\_\_\_\_

样品编号	检测项目	样品数量	符合性检查				
			样品重量	包装完好	标签完好	保存条件	送检时间
<p>存在问题：</p>           <p>接样单位：接样负责人： 日期： 年 月 日</p>							

表 B-5 样品保存检查记录表

样品编号	检查内容				
	样品标识	包装容器	样品状态	保存条件	日常检查记录
发现的问题及处理意见			改进情况：		
检查人： 年 月 日			整改人： 年 月 日		

附录 C 实验室分析测试相关质量控制记录表格

表 C-1 空白试验记录表

检测日期	样品类型	样品编号	检测项目	分析方法	检出限	空白试验结果	结果评价	检测人员

表 C-2 平行双样分析结果记录表

检测日期	样品类型	实验室样品编号	检测项目	检测值 A	检测值 B	相对偏差 RD	结果评价

表 C-3 平行双样分析合格率记录表

报告日期	样品类型	检测项目	批样品数	合格样品数	合格率

表 C-4 标准物质检测结果记录表

检测日期	样品类型	检测项目	标准物质编号	标准值及其不确定度	保证值范围	检测结果	结果评价	检测人员

表 C-5 加标回收率试验结果记录表

检测日期	样品类型	检测项目	样品编号	加标量	检测结果		加标回收率	结果评价	检测人员
					样品	加标样品			

表 C-6 准确度控制合格率记录表

日期	控制方式	检测项目	批样品数	合格样品数	合格率

表 C-7 异常和临界分析结果的抽检记录表

检测日期	样品编号	检测项目	检测值 A	检测值 B	相对偏差 RD	结果评价	检测人员

表 C-8 异常和临界分析结果的复检率记录表

检测项目	总样品数	异常/临界样品数	重复检测样品数	复检率



附录 D 详查样品分析测试结果统计报送表格

表 D-1 土壤样品中重金属总量检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	总镉	总汞	总砷	总铅	总铬	总铜	总锌	总镍
					计量单位：mg/kg							

注：可根据实际检测项目在表中增补项目指标。

表 D-1 土壤样品中重金属有效态检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	镉	汞	砷	铅	铬	铜	锌	镍
					计量单位：mg/kg							

注：可根据实际检测项目在表中增补项目指标。

表 D-2 土壤样品中 16 种多环芳烃检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	萘	蒽烯	蒽	芴	菲	蒎	荧蒎	芘	苯并[a]蒎	屈	苯并[b]荧蒎	苯并[k]荧蒎	苯并[a]芘	二苯并[a,h]蒎	苯并[ghi]芘	苝并[123-cd]芘	PAHs 总量	
					计量单位：mg/kg																	

表 D-3 土壤样品中有机氯农药检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	α-六六六	β-六六六	γ-六六六	δ-六六六	六六六总量	p,p'-DDE	p,p'-DDD	o,p'-DDT	p,p'-DDT	滴滴涕总量	六氯苯	七氯	α 氯氯丹	γ 丹氯丹	三氯杀螨醇	灭蚁灵	
					计量单位：μg/kg																

注：可根据实际检测项目在表中增补项目指标。

表 D-4 土壤样品中邻苯二甲酸酯类检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	邻苯二甲酸二甲酯	邻苯二甲酸二乙酯	邻苯二甲酸二丁酯	邻苯二甲酸二辛酯	邻苯二甲酸二(乙基己基)酯	邻苯二甲酸二(丁基苯)酯	邻苯二甲酸酯类总量
					计量单位：μg/kg						

注：可根据实际检测项目在表中增补项目指标。

表 D-5 土壤样品土壤理化性质检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室代码	样品编号	收样日期	报告日期	检测项目	pH	阳离子交换量	有机质	机械组成		
					检测项目				粘粒	粉粒	砂粒
					计量单位	-	cmol(+)/kg	%	%	%	%
			-								

表 D-6 农产品样品污染物检测结果统计报表

检测实验室名称：\_\_\_\_\_ 检测实验室代码：\_\_\_\_\_ 联系人：\_\_\_\_\_ 联系电话：\_\_\_\_\_

序号	实验室 代码	样品 编号	收样 日期	报告 日期	总镉	总汞	总砷	总铅	总铬	总铜	总锌	总镍
					计量单位：mg/kg							