



# 中华人民共和国环境保护部办公厅

环办土壤函〔2017〕1332号

## 关于印发《农用地土壤污染状况详查 质量保证与质量控制技术规定》的通知

各省、自治区、直辖市环境保护厅（局）、国土资源厅（局）、农业（农牧、农村经济）厅（局、委），新疆生产建设兵团环境保护局、国土资源局、农业局：

经国务院批准，环境保护部、财政部、国土资源部、农业部、卫生计生委共同组织开展全国土壤污染状况详查，联合印发了《全国土壤污染状况详查总体方案》。为指导各地规范开展农用地土壤污染状况详查，组织做好详查样品的采集、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工作，环境保护部、国土资源部、农业部共同组织编制了《农用地土壤污染状况详查质量保证与质量控制技术规定》（见附件），现印发给你们，请遵照执行。

附件：农用地土壤污染状况详查质量保证与质量控制技术  
规定



# 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）工作全过程质量管理的基本要求。

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 密码平行样品

利用在详查平行样品采集点位采集的土壤或农产品样品制成的外部质量控制样品，用于评价实验室分析测试的精密度以控制随机误差。

采用干样分析测试的检测项目，如土壤和农产品中重金属等无机污染物，该样品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；采用鲜样分析测试的检测项目，如土壤中多环芳烃等有机污染物，该样品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。

### 2.2 统一监控样品

一种理化性质和组成足够均匀稳定的外部质量控制样品，用于评价实验室分析测试的准确度以控制系统误差。

该样品由专业机构根据详查需要专门制备，其指定值主要依据标准物质定值程序赋值，或根据各检测实验室的分析测试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定本省（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依据详查要求进一步完善内部质量管理体系，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，制定和实施内部质量控制计划，从严落实全过程质量控制措施，并自觉接受国家和省级详查工作管理机构统一组织的质量监督检查（以下简称质量检查）。

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价报告，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工作。

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

4.2.1.1 采样点检查：采样点的代表性与合理性、采样位置的正确性等；

4.2.1.2 采样方法检查：采样深度、单点采样、多点混合采样等；

4.2.1.3 采样记录检查：样点信息、样品信息、工作信息等；

4.2.1.4 样品检查：样品标签、样品重量和数量、样品包装容器材质、样品防沾污措施等；

4.2.1.5 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

4.2.2.1 采样点位图检查：采样点的合理性、布设点位位移情况；

4.2.2.2 采样记录和照片检查：记录填写内容的完整性和正确性、现场照片是否齐全和清晰等。

4.3 采样质量检查分采样小组、采样单位和省级质量控制实验室三级质量检查。农产品样品采集受到农产品成熟期时间限制，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 采样单位对采样文件资料检查的要求应达到总工作量的 100%。

在文件资料检查的基础上，采样单位应针对位置发生明显偏移（超过 100 米）、未使用采样手持终端记录采样信息、其他信息存疑的采样点位开展现场检查，现场检查点位数量应达到总工作量的 20%。对于位置偏移超过 1000 米的点位，必须开展现场检查。

4.3.3 省级质量控制实验室对各采样单位采样文件资料检查要求应达到总工作量的 10%，并应重点检查位置发生明显偏移（超过 100 米）点位的文件资料。

省级质量控制实验室对各采样单位采样现场检查主要针对采样单位已完成的采样工作，现场检查点位数量的要求应达到总工作量的 0.5%，并应重点关注文件资料检查时发现问题的点位。

4.4 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责令其采取适当的纠正和预防措施。

如果采样小组或采样单位存在未在规定点位采集样品、未按规定方法采集样品、采样量未达到规定要求、样品标识不清等严重质量问题，应分别采取以下措施：

对采样小组：采样单位应将发现严重质量问题采样小组的现场检查比例提高一倍。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：省级质量控制实验室应将发现严重质量问题采样单位的现场检查比例提高两倍。如仍然发现存在严重质量问题，省级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 质量检查人员可直接将采样现场检查 and 采样文件资料检查的结果输入质控手持终端，打印签字形成采样质量检查记录（采样现场检查和采样文件资料检查记录的主要内容分别见附 1 表 1-1 和附 1 表 1-2）。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，在详查采样阶段性工作结束之前，要按照任务合同书的要求对各采样单位进行全面质量检查，并对其工作质量进行评价。

## 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（以下简称制样）和保存工作。

5.2 制样质量检查内容主要包括：

5.2.1 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；

5.2.2 制样工具检查：磨样设备、样品筛、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洁；

5.2.3 制样流程检查：样品干燥、研磨、筛分、混匀、缩分、装瓶过程是否规范；

5.2.4 已加工样品抽查：样品瓶标签、样品重量和数量、样品粒度、样品包装和保存是否规范；

5.2.5 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以及是否是随时记录。

5.3 制样质量检查分制样小组、制样单位和省级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应达到 100%。

5.3.2 制样单位开展制样质量检查的要求应达到总工作量的 5%。

5.3.3 省级质量控制实验室开展制样质量检查要求应达到总工作量的 0.5%。

5.3.4 省级质量控制实验室使用影像监控设备对制样流程进行实时远程在线监控。

5.4 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要求其采取适当的纠正和预防措施。

如果制样小组或制样单位存在未按规定的制样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沾污、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情节严重且难以整改的质量问题，应分别采取以下措施：

对制样小组：制样单位应将发现严重质量问题制样小组的检查比例提高一倍。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；如未发现新的严重问题，该制样小组应重新制备发生严重质量问题当日制备的所有样品。

对制样单位：省级质量控制实验室应将发现严重质量问题制样单位的质量检查比例提高两倍。如仍然发现存在严重质量问题，省级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，或安排其他合格制样单位重新制备相关样品；如未发现新的严重质量问题，该制样单位应重新制备发生严重质量问题当日完成的所有样品。

5.5 质量检查人员可直接将检查结果输入质控手持终端，打印签字形成样品制备加工检查记录（记录的主要内容见附1表1-3）。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价。

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，在详查制样阶段性工作结束之前，要按照任务合同书的要求对各制样单位进行全面质量检查，并对其工作质量进行评价。

## 6 样品流转

6.1 负责发送样品的单位（以下简称送样单位）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》要求开展样品流转工作。

6.2 负责接收样品的单位（以下简称接样单位）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、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：

6.3.1 样品无编号、编号混乱或有重号；

6.3.2 样品在运输过程中受到破损或沾污；

6.3.3 样品重量或数量不符合规定要求；

6.3.4 样品采集后保存时间已超出规定的送检时间；

6.3.5 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交接记录（见附1表1-4）上签字，注明接样日期，并返回一份给送样单位。

6.5 各省（区、市）流转中心应根据省级质量控制实验室的统一安排，在详查送检样品中插入密码平行样品和统一监控样品。

6.5.1 用于重金属等无机污染物分析测试的样品，按一定数量编为一个批次，每批次应插入实验室内密码平行样品、实验室间密码平行样品和相应统一监控样品各1个（批次样品总数 $\leq 50$ ）；

6.5.2 用于多环芳烃等有机污染物分析测试的样品，按一定数量编为一个批次，每批次应插入实验室内密码平行样品和实验室间密码平行样品各1个；可能时，每批次插入相应统一监控样品1个（批次样品总数 $\leq 20$ ）。

## 7 样品保存

7.1 负责详查样品采集、制备、流转、保存和分析测试的各单

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测试方法技术规定》和《全国土壤污染状况详查农产品样品分析测试方法技术规定》的要求，保存详查样品。

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，检查结果可直接输入质控手持终端，打印签字形成样品保存检查记录（记录的主要内容见附1表1-5）。

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要求其采取适当的纠正和预防措施。当在样品采集、制备、流转、保存和分析测试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：

7.3.1 未按规定的保存方法保存土壤或农产品样品；

7.3.2 未采取有效控制措施防止样品在保存过程被沾污。

## 8 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措施，各级质量检查人员应按内部和外部质量控制要求对检测实验室进行质量检查。

### 8.1 分析测试方法的选择与确认

8.1.1 检测实验室应根据实际情况选用《全国土壤污染状况详查土壤样品分析测试方法技术规定》和《全国土壤污染状况详查农产品样品分析测试方法技术规定》中推荐的分析测试方法（包括样

品前处理方法), 在详查工作中不允许使用非推荐的分析测试方法。

8.1.2 检测实验室在正式开展详查样品分析测试任务之前, 应参照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的有关要求, 完成对所选用分析测试方法的检出限、测定下限、精密度、准确度、线性范围等方法各项特性指标的确认, 并形成相关质量记录。必要时, 应编制实验室分析测试方法作业指导书。

## 8.2 实验室内部质量控制

### 8.2.1 空白试验

8.2.1.1 每批次样品分析时, 应进行空白试验, 分析测试空白样品。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, 要求每批次分析样品应至少分析测试 2 个空白样品。空白试验记录见附 2 表 2-1。

8.2.1.2 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。

### 8.2.2 定量校准

#### 8.2.2.1 标准物质

分析仪器校准应首先选用有证标准物质。当没有有证标准物质时, 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。

#### 8.2.2.2 校准曲线

采用校准曲线法进行定量分析时，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。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  $r > 0.999$ 。

#### 8.2.2.3 仪器稳定性检查

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。

#### 8.2.3 精密度控制

8.2.3.1 每批次土壤或农产品样品分析时，每个检测项目均须进行平行双样分析。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 2 个样品进行平行双样分析。

8.2.3.2 平行双样分析一般应由本实验室质量管理人员将平行双样以密码编入分析样品中交检测人员进行分析测试。

8.2.3.3 若平行双样测定值（A，B）的相对偏差（RD）在允许范围内，则该平行双样的精密度控制为合格，否则为不合格。RD 计算公式如下：

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

土壤和农产品样品中主要检测项目平行双样分析测试精密度允许范围分别见表 1 和表 2，土壤样品中其他检测项目平行双样分析测试精密度允许范围见表 3。

平行双样分析测试合格率按每批次同类型样品中单个检测项目进行统计，计算公式如下：

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

平行双样分析测试合格率要求应达到 95%。当合格率小于 95% 时，应查明产生不合格结果的原因，采取适当的纠正和预防措施。除对不合格结果重新分析测试外，应再增加 5%~15% 的平行双样分析比例，直至总合格率达到 95%。

8.2.3.4 平行双样分析测试结果记录见附 2 表 2-2，平行双样分析测试合格率记录见附 2 表 2-3。

#### 8.2.4 准确度控制

##### 8.2.4.1 使用有证标准物质

a) 当具备与被测土壤或农产品样品基体相同或类似的有证标准物质时，应在每批次样品分析时同步均匀插入与被测样品含量水平相当的有证标准物质样品进行分析测试。每批次同类型分析样品要求按样品数 5% 的比例插入标准物质样品；当批次分析样品数 < 20 时，应至少插入 2 个标准物质样品。

b) 将标准物质样品的分析测试结果 (x) 与标准物质认定值 (或

标准值) ( $\mu$ ) 进行比较, 计算相对误差 (RE)。RE 计算公式如下:

$$RE(\%) = \frac{x - \mu}{\mu} \times 100$$

若 RE 在允许范围内, 则对该标准物质样品分析测试的准确度控制为合格, 否则为不合格。土壤和农产品标准物质样品中主要检测项目 RE 允许范围分别见表 1 和表 2, 土壤标准物质样品中其他检测项目 RE 允许范围可参照标准物质证书给定的扩展不确定度确定。

c) 有证标准物质样品分析测试合格率要求应达到 100%。当出现不合格结果时, 应查明其原因, 采取适当的纠正和预防措施, 并对该标准物质样品及与之关联的详查送检样品重新进行分析测试。

d) 标准物质分析测试结果记录见附 2 表 2-4, 准确度控制合格率记录见附 2 表 2-6。

表1 土壤样品中主要检测项目分析测试精密度和准确度允许范围

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 (%)	相对误差 (%)
总镉	<0.1	35	40	75~110	±40
	0.1~0.4	30	35	85~110	±35
	>0.4	25	30	90~105	±30
总汞	<0.1	35	40	75~110	±40
	0.1~0.4	30	35	85~110	±35
	>0.4	25	30	90~105	±30
总砷	<10	20	30	85~105	±30
	10~20	15	20	90~105	±20
	>20	10	15	90~105	±15
总铜	<20	20	25	85~105	±25
	20~30	15	20	90~105	±20
	>30	10	15	90~105	±15
总铅	<20	25	30	80~110	±30
	20~40	20	25	85~110	±25
	>40	15	20	90~105	±20
总铬	<50	20	25	85~110	±25
	50~90	15	20	85~110	±20
	>90	10	15	90~105	±15
总锌	<50	20	25	85~110	±25
	50~90	15	20	85~110	±20
	>90	10	15	90~105	±15
总镍	<20	20	25	80~110	±25
	20~40	15	20	85~110	±20
	>40	10	15	90~105	±15



表2 农产品样品中主要检测项目分析测试精密度和准确度允许范围

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 (%)	相对误差 (%)
总镉	<0.1	35	40	75~110	±40
	0.1~0.2	30	35	85~110	±35
	>0.2	25	30	90~105	±30
总汞	<0.1	35	40	75~110	±40
	0.1~0.2	30	35	85~110	±35
	>0.2	25	30	90~105	±30
总砷	<0.1	35	40	90~105	±40
	0.1~1.0	30	35	90~105	±35
	>1.0	25	30	90~105	±30
总铜	<20	20	30	90~105	±30
	20~30	15	25	90~105	±25
	>30	15	20	90~105	±20
总铅	<0.1	35	40	85~110	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±35
	>1.0	25	30	90~105	±30
总铬	<0.1	35	40	85~110	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±35
	>1.0	25	30	90~105	±30
总锌	<50	25	30	85~110	±30
	50~90	20	30	85~110	±30
	>90	15	25	90~105	±25
总镍	<0.1	35	40	85~110	±40
	0.1~1.0	30	35	85~110	±35
	>1.0	25	30	90~105	±30

表 3 土壤样品中其他检测项目分析测试精密度与准确度允许范围

检测项目	含量范围	精密度	准确度	适用的分析方法
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)	
无机元素	≤10MDL	30	80~120	AAS、ICP-AES、 ICP-MS
	>10MDL	20	90~110	
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-MSD
	>10MDL	30		

注：1)MDL—方法检出限；AAS—原子吸收光谱法；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《全国土壤污染状况详查土壤样品分析测试方法技术规定》中有明确要求的检测项目，执行分析方法技术规定的有关要求。

#### 8.2.4.2 加标回收率试验

a) 当没有合适的土壤或农产品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。每批次同类型分析样品中，应随机抽取 5% 的样品进行加标回收率试验；当批次分析样品数 < 20 时，应至少随机抽取 2 个样品进行加标回收率试验。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率试验。

b) 基体加标回收率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测试。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测试方法的测定上限。

c) 若基体加标回收率在规定的允许范围内, 则该加标回收率试验样品的准确度控制为合格, 否则为不合格。土壤和农产品样品中主要检测项目基体加标回收率允许范围见表 1 和表 2, 土壤样品中其他检测项目基体加标回收率允许范围见表 3。

d) 对基体加标回收率试验结果合格率的要求应达到 100%。当出现不合格结果时, 应查明其原因, 采取适当的纠正和预防措施, 并对该批次样品重新进行分析测试。

e) 加标回收率试验结果记录见附 2 表 2-5, 准确度控制合格率记录见附 2 表 2-6。

#### 8.2.4.3 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过程进行质量监控。

b) 准确度控制图可通过多次分析测试所用质控样品获得的均值 ( $\bar{x}$ ) 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) 每批次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, 则表示分析测试正常, 此批次样品分析测试结果可靠; 如果测定值落在上下控制线之外, 表示分析测试失控, 分析测试结果不可信, 应检查原因, 采取纠正措施后重新分析测试; 如果测定值落在上下警告线和上下控制线之间, 表示分析测试结果虽可接受, 但有失控倾向, 应予以注意。

#### 8.2.5 异常样品复检

8.2.5.1 每批次送检土壤样品分析测试完毕后, 检测实验室应

对该批次样品的分析测试结果按检测项目进行稳健统计，计算该批次样品的检测中位值，并对分析测试结果高于中位值 5 倍以上或低于中位值 1/5 的异常样品进行复检。若统计后发现需复检样品数较多，可只对其中部分样品进行抽检，要求复检抽查样品数应达到该批次送检样品总数的 10%。

8.2.5.2 每批次送检农产品样品分析测试完毕后，检测实验室应对分析测试结果超过标准限值(见表 4)的所有异常样品进行复检。

8.2.5.3 对复检样品，应按 8.2.3 的有关要求统计计算复检合格率，要求应达到 95%。当复检合格率小于 95%时，应参照 8.2.3.3 的有关要求执行。

8.2.5.4 异常样品复检记录见附 2 表 2-7，异常样品复检率记录见附 2 表 2-8。

表 4 谷物及其制品中污染物限值表

序号	污 染 物		标准限值(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
8	镍(以 Ni 计)		1.0

## 8.2.6 分析测试数据记录与审核

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

8.2.6.2 检测人员应对原始数据和报告数据进行校核。对发现的可疑报告数据，应与样品分析测试原始记录进行校对。

8.2.6.3 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、法定计量单位和内部质量控制数据等。

8.2.6.4 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。

## 8.2.7 分析测试结果的表示

8.2.7.1 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示。

8.2.7.2 平行样品的分析测试结果在允许范围内时，用其平均值报告分析测试结果。

8.2.7.3 一组分析数据用 Grubbs、Dixon 检验法剔除离群值后以平均值报告分析测试结果。

8.2.7.4 分析测试结果低于方法检出限时，用“ND”表示，并注明“ND”表示未检出，同时给出本实验室的方法检出限值。

8.2.7.5 需要时，应给出分析测试结果的不确定度范围。

### 8.3 实验室外部质量控制

详查实验室主要通过通过在详查样品中随机插入密码平行样品和统一监控样品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、实验室间比对等其他外部质量控制措施。

#### 8.3.1 密码平行样品分析

8.3.1.1 每个密码平行样品采样点位除详查样品之外，要求制备两份密码平行样品。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分析测试，另一份由其他检测实验室进行比对分析。

8.3.1.2 通过比较实验室内和实验室间对密码平行样品分析测试结果的一致性进行详查精密度外部质量监控。

#### 8.3.2 统一监控样品分析

8.3.2.1 统一监控样品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，要求检测实验室与该批次详查样品一起进行分析测试。

8.3.2.2 通过比较实验室分析测试结果与统一监控样品指定值的一致性进行详查准确度外部质量监控。

#### 8.3.3 留样复检

8.3.3.1 检测实验室应按规定要求妥善保存详查样品及有机样品提取液。

8.3.3.2 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样进行复检。

#### 8.3.4 实验室间比对

8.3.4.1 详查期间，国家级质量控制实验室将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。

8.3.4.2 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。

#### 8.4 样品分析测试质量评价

##### 8.4.1 实验室内部质量评价

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、综合的质量评价，并提交质量评价总结报告。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各项方法特性指标；
- 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) 异常样品复检合格率（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。

##### 8.4.2 实验室外部质量评价

###### 8.4.2.1 密码平行样品分析测试结果质量评价

a) 对密码平行样品在实验室内和实验室间分析测试结果的质量，主要通过由样品分析测试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，只要依据两个分析测试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，即可认为两个分析测试结果的精密度可接受，为合格结果；当由样品分析测试结果获得的污染状况评价结果不一致时，如两个分析测试结果的相对偏差在允许范围（见表 1、表 2 和表 3）内则为合格结果，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品累积检测质量合格率应达到 90%，实验室间密码平行样品累积检测质量合格率应达到 85%。

c) 当不能达到上述合格率要求时，应采取以下措施：

对实验室内不合格结果，由省级质量控制实验室通知承担详查样品分析测试任务的检测实验室对留样进行复检。如复检确认不属于密码平行样品均匀性等引起的分析测试误差，省级质量控制实验室应要求该检测实验室对与该密码平行样品一起送检的所有详查样品进行复检；复检确认属于密码平行样品本身引起的分析测试误差，只要与该批次送检样品同期实验室内部质控数据及统一监控样品分析测试结果均合格，省级质量控制实验室仍可认定该批次详查样品分析测试结果合格。

对实验室间不合格结果，由省级质量控制实验室通知两个检测实验室对留样进行交叉复检。如复检确认不属于密码平行样品均匀性等引起的分析测试误差，省级质量控制实验室应要求发生问题的检测实验室对与该密码平行样品一起送检的所有详查样品进行复检；复检确认属于密码平行样品本身引起的分析测试误差，只要与



该批次送检样品同期实验室内部质控数据及统一监控样品分析测试结果均合格，省级质量控制实验室仍可认定该批次详查样品分析测试结果合格。如发生问题的检测实验室对交叉复检结果有异议，省级质量控制实验室可委托国内权威检测实验室对留样进行仲裁分析。

#### 8.4.2.2 统一监控样品分析测试结果质量评价

a) 对统一监控样品分析测试结果的质量主要通过与其指定值的相对误差（见 8.2.4.1）进行评价，在允许范围内的分析测试结果为合格结果，否则为不合格结果。

b) 实验室对统一监控样品分析测试质量合格率按土壤和农产品样品分别进行统计，要求每种类型样品中单个检测项目的累积合格率应达到 90%。无机、有机检测项目的基本统计单元分别是实验室分析测试完成统一监控样品 100 件和 250 件；当实验室分析统一监控样品数目不足一个基本统计单元时，实验室应确保对单个检测项目的累积合格率要求不降低。

c) 当不能达到上述合格率要求时，省级质量控制实验室应要求检测实验室查明发生问题的原因，采取适当的纠正和预防措施，同时向检测实验室提供新的统一监控样品，并要求其插入已完成但结果不合格的送检批次详查样品中一起进行复检，直至统一监控样品复检累积合格率达到规定要求。

#### 8.4.2.3 留样复检结果质量评价

留样复检按 8.2.3 有关要求统计计算留样复检合格率，要求检测实验室对同类型样品（土壤或农产品）单个检测项目留样复检合

格率应达到 95%。如合格率小于 95%，留样复检不合格，省级质量控制实验室应从流转中心或省级样品库向检测实验室提供一份与复检不合格样品点位相同的留存样品再次复检。如再次复检结果与初次分析测试结果一致，但与前次复检结果不一致，省级质量控制实验室可采用检测实验室的初次分析测试结果；再次复检结果与前次复检结果一致、但与初次分析测试结果不一致，省级质量控制实验室应要求检测实验室对发现问题样品分析批次的所有样品进行复检。

#### 8.4.2.4 实验室间比对结果质量评价

实验室间比对结果质量评价参照《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》(CNAS-GL02: 2014) 执行。负责组织比对活动的国家或省级质量控制实验室应要求出现不合格结果的检测实验室限期进行整改，并提交整改有效证明材料。

### 9 分析测试结果报告

9.1 检测实验室每分析测试完成一批次详查送检样品，除须按照本实验室质量管理体系要求编制纸质检测报告外，还须按照详查检测实验室分析测试数据填报系统要求，填报样品分析测试结果及同批次实验室内部质量控制数据（填报内容分别见附 2 和附 3）。

9.2 检测实验室应在每批次详查送检样品分析测试完成后一周内，向详查任务委托省（区、市）的质量控制实验室报送该批次送检样品的纸质检测报告和数据填报系统导出的电子数据。

9.3 各省（区、市）详查样品分析测试结果统一由省级质量控制实验室审核后通过国家土壤污染状况详查信息化管理平台上报。

附 1

## 样品采集制备流转与保存质量控制检查记录

表 1-1 采样现场检查记录

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

检查日期	采样单位代码	采样小组	样点编号	采样点检查			采样方法检查		采样记录检查			样品检查					发现的问题及处理意见	
				样点的代表性与合理性	经度/度	纬度/度	误差/米	采样深度	单点或多点混合	样点信息	样品信息	工作信息	样品重量	样品数量	样品标签	包装容器		防沾污措施
改正情况											审核意见							

注：点位检查栏中经度、纬度为现场检查坐标，应准确至小数点后 5 位；误差为实地检查坐标与布点采样坐标之间的距离，其他各检查项均用文字记录。

检查人：\_\_\_\_\_ 检查组长：\_\_\_\_\_

\*本表内容格式以质控手持终端输出为准，下同。

表 1-2 采样文件资料检查记录

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

检查日期	采样单位代码	采样小组	样点编号	采样点位图检查			采样记录和照片检查			发现的问题及处理意见	
				样点合理性	丢失点位	布设点位位移情况	漏记项目	错记项目	现场照片是否齐全、清晰		
改正情况								审核意见			

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；记录发生问题的项目栏。

检查人：

检查组长：

表 1-3 样品制备加工检查记录

检查日期	制样单位	制样小组	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	包 装	完 整 性	及 时 性			
改进 情况													审核意见											

注：用文字记录检查发现的问题。

检查人：

检查组长：

表 1-4 样品交接记录

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

样包编号	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	保存温度	送检时间
存在问题:							
接样单位: _____ 接样单位代码: _____ 接样负责人: _____ 接样日期: _____ 年 _____ 月 _____ 日							

表 1-5 样品保存检查记录

保存单位代码	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: _____				整改人: _____		
_____ 年 _____ 月 _____ 日				_____ 年 _____ 月 _____ 日		

## 检测实验室内部质量控制电子数据填报记录

表 2-1 空白试验记录

实验室代码	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 2-2 平行双样分析测试结果记录

实验室代码	检测日期	样品类型	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 2-3 平行双样分析测试合格率记录

实验室代码	报告日期	样品类型	检测项目	批次样品数	合格样品数	合格率

表 2-4 标准物质分析测试结果记录

实验室代码	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	检测结果	相对误差 RE	结果评价	检测人员

表 2-5 加标回收率试验结果记录

实验室代码	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 2-6 准确度控制合格率记录

实验室代码	报告日期	控制方式	样品类型	检测项目	批次样品数	合格样品数	合格率

表 2-7 异常样品复检记录

实验室代码	检测日期	样品类型	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 2-8 异常样品复检率记录

实验室代码	报告日期	样品类型	检测项目	批次样品数	异常样品数	复检样品数	复检合格率



## 检测实验室样品分析测试结果电子数据填报记录

表 3-1 土壤样品中重金属总量分析测试结果电子数据填报记录

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

序号	实验室代码	样品编号	接样日期	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 3-2 土壤样品中重金属可提取态分析测试结果电子数据填报记录

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

序号	实验室代码	样品编号	接样日期	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 3-3 土壤样品中 15 种多环芳烃分析测试结果电子数据填报记录

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

序号	实验室代码	样品编号	接样日期	报告日期	芴	二氢芴	芴	菲	蒽	荧蒽	芘	苯并[a]蒽	蒽	苯并[b]荧蒽	苯并[k]荧蒽	苯并[a]芘	二苯并[a,h]蒽	苯并[ghi]芘	茚并[123-cd]芘	PAHs 总量
					计量单位: mg/kg															

表 3-4 土壤样品中其他检测项目分析测试结果电子数据填报记录

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

序号	实验室代码	样品编号	接样日期	报告日期																
					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 3-5 土壤样品中理化性质分析测试结果电子数据填报记录

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

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

表 3-6 农产品样品中重金属总量分析测试结果电子数据填报记录

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

序号	实验室代码	样品编号	接样日期	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							

抄 送：各省、自治区、直辖市人民政府办公厅，新疆生产建设兵团办公厅。