

广东省建设用地土壤污染修复效果评估监测质量控制技术规范

ICS 13.080
CCS Z 10

DB 44

广东省地方标准

DB 44/T XXXX—XXXX

建设用地土壤污染修复效果评估监测
质量控制技术规范

Technical specifications for monitoring quality control during
remediation verification of soil contamination of land for construction

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省市场监督管理局 发布

目 次

引 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 人员	1
4.1 布点方案编制人员	2
4.2 现场采样人员	2
4.3 实验室分析人员、校核人员	2
4.4 检测报告审核人员	2
4.5 检测报告签发人员	2
5 仪器与设备	2
5.1 采样设备	2
5.2 实验室检测设备	3
6 样品采集质量控制要求	3
6.1 采样节点	3
6.2 采样布点与位置	4
6.3 土壤风险管控及长期环境监测采样要求	5
6.4 样品现场采集要求	5
6.5 其他采样要求	8
7 样品制备质量控制要求	8
7.1 基本要求	8
7.2 风干	8
7.3 研磨	8
7.4 留样	9
8 实验室分析质量控制要求	9
8.1 设施和环境条件	9
8.2 分析方法	9
8.3 试剂与耗材	10
8.4 样品分析	10
8.5 实验室质量控制	10
8.6 记录与报告	12
9 质量控制报告与评价	13
附 录 A (资料性) 精密度和正确度允许范围	14
附 录 B (规范性) 密码平行样品分析结果比对判定规则	17
B.1 基本判定原则	17
B.2 相对偏差计算	17

引 言

为了做好土壤污染修复效果评估监测及风险管控监测工作,为全省建设用地土壤污染修复效果评估监测工作提供统一的质量控制技术依据,制定本文件。本文件规定了建设用地土壤污染修复效果评估与风险管控监测的全过程质量控制技术要求。本文件亦可作为开展建设用地土壤污染修复效果评估与风险管控监测质量监督的技术参照文件。

建设用地土壤污染修复效果评估监测质量控制技术规范

1 范围

本文件规定了建设用地土壤污染修复效果评估与风险管控监测质量控制的术语与定义、人员要求、仪器与设备、样品采集、样品制备、实验室分析、质量控制报告及评价。

本文件适用于建设用地土壤污染修复效果评估监测过程中的质量控制。

本文件不适用于含有放射性及致病性生物污染地块治理与修复效果的评估监测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 14848—2017 地下水质量标准
- GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
- GB/T 32722 土壤质量 土壤样品长期和短期保存指南
- GB 36600 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）
- HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则
- HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则
- HJ 25.5 污染地块风险管控与土壤修复效果评估技术导则（试行）
- HJ 164 地下水环境监测技术规范
- HJ/T 166 土壤环境监测技术规范
- HJ 168 环境监测分析方法标准制订技术导则
- HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法
- HJ/T 300 固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法
- HJ 557 固体废物浸出毒性浸出方法 水平振荡法
- HJ 586 水质 游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法
- HJ 1019 地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则
- RB/T 041 检验检测机构管理和技术能力评价 生态环境监测要求
- RB/T 046 检验检测机构管理和技术能力评价 授权签字人要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

采样单元 sampling unit

在建设用地土壤污染修复效果评估监测中按照基坑坑底面积大小、基坑侧壁长度、土壤堆体大小等划分的监测区域范围。

4 人员

4.1 布点方案编制人员

布点方案编制人员应具有环境、土壤等相关专业知识，熟悉 HJ 25.2、HJ 25.4、HJ25.5 等相关技术导则。掌握布点方案编制相关要求，能全面、科学、合理地编制布点方案。

4.2 现场采样人员

现场采样人员应具有环境、土壤等相关专业知识，熟悉采样和现场监测流程，掌握土壤及地下水采样、现场监测、样品保存与流转的技术要求和相关设备的操作方法，了解土壤修复知识，并按 RB/T 041 中相关要求对其进行培训及能力确认。

4.3 实验室分析人员、校核人员

实验室分析人员、校核人员应具备样品制备、流转、保存、分析及数据处理、质量控制等相应技术能力，按 RB/T 041 中相关要求对其进行培训及能力确认。

4.4 检测报告审核人员

检测报告审核人员应充分了解相关环境质量标准、污染排放控制标准和生态环境风险管控标准，并具备对监测结果进行符合性判定的能力，熟悉报告编制、报告审核等环节，且具有从事生态环境监测相关工作2年以上经历。

4.5 检测报告签发人员

检测报告签发人员应具备4.3中规定的相关能力，并符合RB/T 046中对授权签字人的相关要求，同时应掌握较丰富的建设用地土壤监测相关专业知识，具有相关专业背景或教育培训经历。

5 仪器与设备

5.1 采样设备

5.1.1 钻探设备

需进行钻孔采集土壤样品时，一般采用冲击钻探法或直压式钻探法等钻孔方式，按照 HJ 1019 的要求，结合地块所在地区地层条件、钻探作业条件、采样深度要求选择经济有效的钻探设备。

5.1.2 采样工具

5.1.2.1 重金属土壤样品的采集宜使用塑料铲或木（竹）质铲、塑料托盘或木质托盘等，如必须使用金属工具，应用非金属工具清除接触面土壤。

5.1.2.2 半挥发性有机物土壤样品的采集应使用不锈钢铲或木质铲。

5.1.2.3 挥发性有机物土壤样品的采集应使用非扰动采样器、一次性注射器或不锈钢专用采样器等。

5.1.2.4 地下水样品采集工具应按照 HJ 164 及相关技术规范或分析方法的要求进行选择及使用。

5.1.2.5 分析方法或相关技术规范中有规定的，按分析方法或相关技术规范的要求执行。

5.1.3 盛装容器

5.1.3.1 盛装容器不得引入待测目标物，盛装容器在使用前应经抽检合格，待测目标物不得检出。

5.1.3.2 重金属土壤样品宜使用聚乙烯自封袋、广口玻璃瓶等盛装容器。

5.1.3.3 半挥发性有机物土壤样品宜使用广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口玻璃瓶等盛装容器。

5.1.3.4 挥发性有机物土壤样品宜使用具聚四氟乙烯-硅胶衬垫螺旋盖的 40 mL、60 mL 螺纹棕色玻璃瓶等符合分析方法要求的盛装容器。

5.1.4 便携式冷藏箱

冷藏箱容积应满足样品保存要求，并具备带温度显示功能的温度计，保存温度应能达到 4℃ 以下。当冷藏箱不具备带温度显示功能的温度计时，应使用温度计监控冷藏箱内温度。温度计应经计量检定或校准合格。

5.1.5 现场快速检测

5.1.5.1 视待测目标物和现场条件，可参照 HJ 1019 等相关方法要求，对土壤中挥发性有机物、重金属等进行初步快速筛查。

5.1.5.2 用于现场快速检测的仪器设备需经过定期检定或校准合格，确保其在有效期内使用。便携式快速测定仪使用前应检查其性能及状态。若选择便携式光离子化检测仪（PID），应确保仪器的紫外灯电能高于目标化合物的电离电位。

5.1.5.3 土壤样品现场快速检测结果应及时做记录。

5.2 实验室检测设备

5.2.1 仪器与设备的检定和校准

用于检测的仪器设备需经过检定或校准，并确保其在有效期内使用。

5.2.2 仪器与设备的运行和维护

应制定仪器与设备管理程序和操作规程，定期对仪器与设备进行维护保养并做好记录，防止其被污染和功能退化。

5.2.3 仪器与设备的期间核查

每年应制定仪器与设备的年度期间核查计划并按计划执行，以确保仪器与设备性能满足检测需求。

6 样品采集质量控制要求

6.1 采样节点

6.1.1 土壤异位修复

6.1.1.1 应按照 HJ 25.2、HJ 25.5 的要求，依据风险评估报告和修复方案，结合修复工程进度，分区域、分层或分批次确定污染土壤清理后遗留的基坑及异位修复后的土壤堆体的采样节点。

6.1.1.2 对于基坑底部与侧壁的采样节点，采样前应核实基坑清理时间，在基坑清理之后、回填之前进行采样。若基坑侧壁采用基础围护，则宜在基坑清理同时进行基坑侧壁采样，或于基础围护实施后在围护设施外边缘采样，必要时，可根据基础维护工程情况选择合理的采样节点。

6.1.1.3 对于异位修复后土壤堆体的采样节点，采样前应核实修复进度情况、污染土壤修复后检测情况，在修复完成后、再利用之前采样。

6.1.2 土壤原位修复

原位修复后土壤的采样节点应在修复完成后，应符合 HJ 25.5 的要求。

6.1.3 土壤潜在二次污染区域

潜在二次污染区域土壤的采样节点应在此区域清理完毕、再开发利用之前，或可根据工程进度分批次采样。

6.2 采样布点与位置

6.2.1 土壤异位修复

6.2.1.1 基坑底部

6.2.1.1.1 基坑底部土壤采样点位布设及采样点数量应符合 HJ 25.2、HJ 25.5 的要求，根据基坑底部面积，采用系统布点法划分采样单元。若基坑坑底有被独立分隔的区域，应在该基坑坑底适当增加采样单元，各独立区域不得少于 2 个采样单元。

6.2.1.1.2 采集混合样时，在每个采样单元中均匀分布地采集 9 个表层（0~20）cm 土壤样品制成混合样，采样位置原则上应位于有明显污染痕迹处。

6.2.1.1.3 采集非混合样（如挥发性有机物）时，采样位置应位于有明显污染痕迹处或采样单元的中央，每个采样单元内采集 1 个表层 20 cm 以下土壤样品。

6.2.1.2 基坑侧壁

6.2.1.2.1 基坑侧壁土壤采样点位布设及采样点数量应符合 HJ 25.2、HJ 25.5 的要求，根据基坑侧壁长度，采用等距布点法，将侧壁划分成段，每段为一个采样单元。当基坑深度大于 1 m 时，应按 HJ 25.5 要求垂向分层采样。

6.2.1.2.2 采集混合样时，采样位置原则上应位于地下水水位线附近、土层交界处或有明显污染痕迹的位置，在每段均匀采集 9 个表层（0~20）cm 土壤样品制成混合样。

6.2.1.2.3 采集非混合样（如挥发性有机物）时，采样位置应位于有明显污染痕迹处或污染物易富集处，每个采样段内采集 1 个表层 20 cm 以下土壤样品。

6.2.1.3 异位修复后土壤堆体

6.2.1.3.1 对于异位修复后土壤堆体，应按照 HJ 25.2、HJ 25.5 中的要求划分采样单元及确定样品数量。

6.2.1.3.2 采集混合样时，应以保证样品代表性为原则，充分反映堆体各个区域可能的污染物情况。当堆体高度 ≤ 4 m 时，应在堆体每个采样单元上部、中部、底部分别采集 1 个土壤样品制成混合样；堆体高度 > 4 m 时，应根据堆体情况垂向分层采样，每层分别在各采样单元上部、中部、底部采集一个样品后制成混合样，每层高度不超过 4 m。

6.2.1.3.3 采集非混合样（如挥发性有机物）时，当堆体高度 ≤ 4 m 时，应在每个采样单元深入堆体内部 2 m 或堆体高度的三分之一处采集 1 个土壤样品；堆体高度 > 4 m 时，应根据堆体情况垂向分层采样，每层高度不超过 4 m，在深入各层高度的二分之一处采集 1 个土壤样品。

6.2.1.4 疑似污染土壤

6.2.1.4.1 疑似污染土是指在建设用地土壤污染修复过程中未经过效果评估监测但存在污染可能的土壤。其采样布点参照 HJ 25.5 土壤异位修复后土壤堆体采样点设置的要求进行，结合堆体大小和高度划分采样单元。

6.2.1.4.2 采集样品时，当堆体高度 ≤ 4 m 时，在堆体每个采样单元上部、中部、底部各采集 1 个土壤样品；堆体高度 > 4 m 时，应根据堆体情况垂向分层采样，每层分别在各采样单元在上部、中部、底部各采集一个样品，每层高度不超过 4 m。

6.2.2 土壤原位修复

6.2.2.1 原位修复后土壤的采样点位布设及采样点数量应符合 HJ 25.2、HJ 25.5 的要求。

6.2.2.2 原位修复后土壤的采样位置应符合 HJ 25.2、HJ 25.5 的要求。

6.2.2.3 对原位修复边界监测，根据地块大小和污染强度，应将修复范围四周等分成段，每段最大长度不应超过 20 m。

6.2.3 土壤潜在二次污染区域

6.2.3.1 潜在二次污染区域采样点位布设及采样点数量应符合 HJ 25.5 的要求，依据修复工程的实际情况，结合修复设施设置、潜在二次污染源等资料确定采样位置与深度，潜在二次污染区域以采集去除杂质后的表层（0~20）cm 土壤样品为主，不排除深层采样，具体视实际情况而定。

6.2.3.2 地面已做硬化或防渗处理的区域，应在每个采样单元采集不少于 1 个表层（0~20）cm 土壤样品，采样点应位于有明显污染痕迹、裂缝或凹陷、采样单元中央。

6.2.3.3 无硬化或防渗地面、运输道路、车辆临时道路等区域，应在每个采样单元采集 9 个表层（0~20）cm 土壤样品制成混合样；采集挥发性有机物土壤样品时，不应采集混合样，在采样单元内采集 1 个去除杂质后的表层 20 cm 以下土壤样品，采样点原则上位于有明显污染痕迹区域或采样单元中央。

6.3 土壤风险管控及长期环境监测采样要求

本文件所指土壤风险管控包括固化/稳定化、封顶、阻隔填埋、地下水阻隔、可渗透反应墙等管控措施。长期环境监测是地块开展后期监管的方式之一。

6.3.1 采样频次与布点

土壤风险管控评估污染物监测及地块长期环境监测的采样频次、布点数量与位置应满足 HJ 25.2 和 HJ 25.5 要求。点位布设应考虑地块目标污染物或残留污染物暴露的风险，地下水点位布设应考虑场地地下水波动、地下水流动变化、地层不均匀性等因素。

6.3.2 采样

6.3.2.1 土壤风险管控评估污染物监测及地块长期环境监测涉及地下水采样的，应按照 HJ 164、HJ 1019 要求进行质量控制，确保所采集样品的代表性和有效性。

6.3.2.2 当固化/稳定化修复后土壤需做浸出浓度检测时，异位修复可参照 6.2.1.3 进行采样，原位修复可参照 6.2.2 进行采样。

6.4 样品现场采集要求

6.4.1 土壤钻探要求

钻探设备在钻孔开钻前及重复利用时，应进行清洗。钻孔取样时应尽量保持岩芯的完整性，应选择无浆液钻进，全程套管跟进，防止钻孔塌孔和上下层交叉污染。

6.4.2 地下水建井及洗井要求

当开展地下水监测时，应按照 HJ 25.2 和 HJ 164 的要求建设地下水监测井，建井洗井及采样前洗井应按照 HJ 164、HJ1019 的要求进行质量控制，确保各项参数稳定后完成洗井。

6.4.3 采样器具清洗

用于采样的器具应及时清洗、擦拭或更换，避免采样时交叉污染。

6.4.4 盛装容器保存

用于盛装挥发性有机物和半挥发性有机物检测指标土壤样品的容器，离开实验室后，采样前应置于阴凉、避光处保存。

6.4.5 现场旁站检查

可通过设置现场旁站的方式对现场采样进行质量控制。以采样点为对象，检查布点位置与布点采样方案是否一致，结合现场修复工程进度检查采样节点是否符合规范要求，以及土孔钻探、地下水采样井建设、土壤样品采集与保存、地下水样品采集与保存、样品流转等采样过程是否规范。

6.4.6 样品采集要求

6.4.6.1 当采集用于测定不同类型污染物的土壤样品时，应优先采集挥发性有机物土壤样品。

6.4.6.2 采集挥发性有机物土壤样品时，应符合 HJ 1019 及相关监测方法的技术要求，同时用预先加入甲醇的样品瓶采集一份样品用于可能存在的高浓度挥发性有机物分析。禁止对样品进行均质化处理，不应采集混合样，应剔除土层（土芯）表面约 2 cm 的土壤（直压式取土器除外），在新露出的土层（土芯）表面采集样品，可使用采样器将约 5 g 土壤样品转移至采样瓶中，土壤样品转移至采样瓶过程中应保持采样瓶口螺纹清洁以防止密封不严。

6.4.6.3 采集半挥发性有机物土壤样品时，可使用采样铲将土壤转移至广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口玻璃瓶内并装满填实。采样过程应剔除石块等杂质，保持采样瓶口螺纹清洁以防止密封不严。

6.4.6.4 采集重金属土壤样品时，应剔除石块等杂质，可使用采样铲将土壤转移至广口玻璃瓶内，保持采样瓶口螺纹清洁以防止密封不严；或者使用采样铲将土壤转移至聚乙烯自封袋内密封保存。土壤样品采样量应不少于 1 kg。

6.4.6.5 地下水样品应按 HJ 164、HJ 1019 要求进行采集。

6.4.6.6 分析方法或相关技术规范中有规定的，按分析方法或相关技术规范的要求执行。

6.4.7 现场平行样

6.4.7.1 土壤样品每批次（最多 20 个样品）样品应至少采集 2 个现场平行样；平行样应在土样同一位置采集，原则上选择场地内污染较重且可采集到足够样品量的点位。

6.4.7.2 地下水样品现场平行样按 HJ 164 要求采集。

6.4.7.3 平行双样的检测方法应一致，在采样记录中标注平行样编号及对应的样品编号。

6.4.7.4 分析方法中有现场平行样采集规定的，按分析方法的要求执行。

6.4.8 空白样

6.4.8.1 测定土壤中挥发性有机物项目的样品，每批次应至少采集一个运输空白和一个全程序空白样品，分析方法中有规定的，按分析方法的要求执行。

6.4.8.2 地下水样品中的空白样（如运输空白、设备空白、全程序空白等）按 HJ 164、HJ 1019 的要求采集，分析方法中有规定的，按分析方法的要求执行。

6.4.9 样品标识

样品标签上应包含样品唯一性标识、检测项目、采样日期等信息，应采取有效措施，确保标签字迹清晰可辨、防止标签脱落或破损，以防样品混淆。

6.4.10 样品保存

6.4.10.1 土壤样品应按 GB/T 32722、HJ/T 166 及相关分析方法中的要求进行保存，挥发性有机物土壤样品装瓶后应单独密封在自封袋中，避免交叉污染。

6.4.10.2 地下水样品应按 HJ 164 及相关分析方法中的要求进行保存。

6.4.10.3 无需添加保存剂的金属类和类金属类指标地下水样品，应在实验室前处理开始前使用 0.45 μm 滤膜过滤，检测可溶态总量。

6.4.10.4 需添加盐酸、硝酸等保存剂的金属类和类金属类指标地下水样品，应在采样现场加保存剂前使用 0.45 μm 滤膜进行过滤，检测可溶态总量。

6.4.10.5 检测地下水中 VOCs 等需消除余氯影响的指标时，可按照 HJ 586 等方法中相应要求测定样品中总氯，如果总氯浓度小于 0.04 mg/L，可不添加去除余氯的保存剂。

6.4.11 样品流转

6.4.11.1 运输过程中，样品应低温（4℃以下）保存，避免阳光直射。

6.4.11.2 运输过程中，应避免样品损失、混淆和沾污，同时避免样品标签破损、沾污，保持标签信息清晰。地下水样品应采用适当的减震隔离措施，防止样品瓶破碎。

6.4.11.3 样品应由专人及时送往实验室，样品交接流转记录应及时填写。记录内容应包括交样人、接样人、交接时间、样品数量、样品状态、保存条件、领样人、领样时间、样品编号、分析项目等信息。

6.4.12 样品采集记录

6.4.12.1 样品采集记录应现场填写、字迹清晰，并保证其完整性和准确性。

6.4.12.2 土壤样品采集记录内容至少应包括采样孔编号、采样点定位信息、采样工具、盛装容器、采样量、保存条件、样品唯一性标识、采样位置、样品质地、样品的颜色和气味、采样日期和时间、采样人员、审核人员等信息。

6.4.12.3 如涉及到土壤钻孔采样，应记录钻孔柱状信息，明确各地层深度、地层地质结构、土壤分层情况、岩芯土壤污染情况等。

6.4.13 影像记录

6.4.13.1 土壤采样过程中应对基坑底部和基坑侧壁采样位置、异位修复后土壤的堆体位置、潜在二次污染区域采样位置、原位修复后土壤钻孔位置、钻孔过程、采样过程、样品及岩芯箱等关键信息拍照或录像记录，所有影像资料均应含有基坑编号、堆体编号、钻孔编号、采样单位名称、采样日期、天气等信息。

6.4.13.2 采样位置：采样前应先核对采样位置并进行记录，采样位置的影像记录资料应能体现基坑底部和侧壁位置、土堆位置、潜在二次污染区域位置、钻孔位置、地下水监测井位置的定位信息，以反映现场实际情况。

6.4.13.3 土壤钻孔及地下水监测井建井过程：影像记录应能体现钻孔作业中开孔、套管跟进、钻杆更换和取土器使用、原状土样采集、设备清洗、地下水监测井建井等操作环节。

6.4.13.4 采样过程：影像记录应能体现基坑坑底和堆体采样单元、采样网格、基坑侧壁分段等划分过程、采样工具、采集位置、土壤装样、地下水洗井及装样过程等关键信息，必要时采样过程拍摄视频记录。

6.4.13.5 样品及岩芯箱：影像记录应能体现基坑、土堆或钻孔后样品采集情况以及整个钻孔土层的结构特征、岩芯深度等信息。

6.4.14 现场采样安全要求

采样应在无雨天气下进行，防止雨水冲刷土壤造成交叉污染。采样环境应光线充足，原则上不建议

夜间采样，当确有必要在夜间采样时，应确保现场安全，采取充足有效的照明措施，以保证能够正确识别土层的结构与性状特征。

6.5 其他采样要求

6.5.1 热处理修复后土壤采样

原位热处理修复后的土壤，采样时采样点土壤温度与周边土壤温度差值应小于 10℃；异位热处理修复后的土壤，采样时采样点土壤温度应降至常温状态。

6.5.2 筛上物采样

本文件所指筛上物主要包括土壤异位修复过程中清挖出的可能存在污染的地下建筑构件、渣（石）块等非土物体及其表面附着物。

一般情况下，采集筛上物表面附着的土壤进行分析，必要时或有特殊要求时可对筛上物进行破碎并检测。原则上每个采样单元不应超过 500 m³，每个采样单元采集不少于 1 个样品。

7 样品制备质量控制要求

7.1 基本要求

当分析方法有要求时，应参照分析方法要求对土壤样品进行制备；或参照 HJ/T 166 的规定对土壤样品进行制备；分析挥发性、半挥发性有机物或可萃取有机物时，无需风干研磨制样，用新鲜样按特定的方法进行样品前处理；需要分析浸出浓度时，可参照 HJ/T 299、HJ/T 300、HJ 557 等文件中的规定，结合地块地下水的酸碱情况及污染物的特性选择合适的浸出方法。

7.2 风干

7.2.1 风干室面积应满足工作量的需求，不应低于 10 m²，应配备风干架，通风良好，整洁，无异挥发性化学物质，避免阳光直射土壤样品，注意防止酸或碱等污染，可在窗户加设防尘网。每层样品风干盘上方空间应不少于 30 cm，风干盘之间间隔应不少于 10 cm。

7.2.2 在风干室将土样放置于风干盘中，摊成 2 cm~3 cm 的薄层，适时地压碎、翻动。进行样品翻动操作时，应注意防止交叉污染。土壤风干状态应以样品无明显水迹、无明显含水土块、土团酥松能轻松锤碎为宜。

7.2.3 除自然风干外，在保证不影响目标物测试结果的情况下，可采用土壤冷冻干燥机或土壤烘干机等设备进行干燥，使用土壤烘干机时烘干温度需控制在 35℃±5℃，并对烘干机实际工作温度进行监控和记录。

7.3 研磨

7.3.1 应设置专用土壤制样室用于土壤样品研磨，土壤制样室应区分粗磨与细磨区域，每个工位应配备专门的通风除尘设施和操作台。工位之间应互相独立，防止样品交叉污染。制样机底部应放置橡胶垫降低噪音。

7.3.2 为保证土壤样品分析结果的准确性，应采用逐级研磨、边磨边筛的研磨方式，切不可为使土壤样品全部过筛而一次性将土壤样品研磨至过小粒径，以免达不到粒径分级标准。

7.3.3 粗磨过程中，应随时拣出非土壤成分，包括碎石、砂砾和植物残体等，但不可随意遗弃土壤样品，避免影响土壤样品的代表性。

7.3.4 粗磨后的样品混匀后留做预留样品以及细磨；留作细磨的样品应不少于 100 g，全部过分析方法

要求孔径的尼龙筛后，用于土壤重金属元素全量分析。

7.3.5 及时填写样品制备原始记录表，记录过筛前后的土壤样品重量。

7.3.6 研磨混匀后的样品，分装于样品袋或样品瓶，填写标签，标签一式两份。

7.3.7 制备过程中，应进行制样损耗率检查，按粗磨、细磨两个阶段分别计算损耗率，要求粗磨阶段损耗率小于3%、细磨阶段小于7%。弃去的碎石、砂砾、树根等非土壤物质也应称重并记录，粗磨与细磨损耗率分别按照公式（1）和（2）进行计算：

$$\text{粗磨损耗率} = \frac{\text{用于粗磨样品重量} - \text{非土壤物质重量} - \text{粗磨过筛后样品重量}}{\text{用于粗磨样品重量} - \text{非土壤物质重量}} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{细磨损耗率} = \frac{\text{用于细磨样品重量} - \text{细磨过筛后样品重量}}{\text{用于细磨样品重量}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

7.3.8 样品制备完成后，应进行过筛率检查，随机抽取任一样品的10%按原网目过筛，过筛率达到95%为合格，抽查率不应低于样品总数的2%，过筛检查后的样品原则上不得再次放回样品瓶中。

7.4 留样

7.4.1 预留样品的保存

预留样品（风干研磨后过2mm尼龙筛）应建立台账并在样品库保存，每份预留样品量约200g。

7.4.2 分析取用后的剩余样品

分析取用后的剩余土壤样品（风干研磨后），待全部数据报出后，应移交到样品库保存，以备必要时核查或复测之用。

7.4.3 保存时间

分析取用后的剩余样品（风干研磨后）以及预留样品的保留时间参照HJ/T 166中的规定执行，同时至少保留至项目结束。特殊、珍稀、仲裁、有争议样品一般要永久保存。

7.4.4 样品库

7.4.4.1 样品库应长期保持干燥、通风、无阳光直射、无污染，定期检查样品库室内环境。

7.4.4.2 样品库样品要严防潮湿、霉变、虫害、鼠害及标签脱落。

7.4.4.3 建立样品管理制度，土壤样品入库、领用及清理均需填写记录。

8 实验室分析质量控制要求

8.1 设施和环境条件

实验室应具备满足监测需求的固定实验场所，并根据区域功能和控制要求，配置排风、防尘、避震和温湿度控制设备或设施；避免环境或交叉污染对监测结果产生影响。

8.2 分析方法

8.2.1 样品分析方法应优先采用GB 36600、GB/T 14848中规定的分析方法，GB 36600、GB/T 14848中污染物项目以外的污染物分析可选用现行有效的国家、行业、地方标准方法。除上述分析方法标准外，GB 36600、GB/T 14848实施后发布的其他污染物分析方法标准，如明确适用于土壤、地下水样品分析测试，且适用性满足要求，也可采用该分析方法标准。分析方法检出限原则上应低于评价标准的四分之一。需进行浸出毒性分析的样品应选用现行有效的国家、行业、地方标准方法。

8.2.2 初次使用标准方法前，应进行方法验证，验证内容包括方法涉及的人员培训和技术能力、设施和环境条件、采样及分析仪器设备、试剂材料、标准物质、原始记录和监测报告格式、方法性能指标（如校准曲线、检出限、测定下限、正确度、精密度）等内容，其中检出限、测定下限、精密度及正确度等内容应参照 HJ 168 的要求进行验证，并根据标准的适用范围，选取不少于一种实际样品进行测定。

8.2.3 若使用非标准方法进行分析，应按照 GB/T 27417、RB/T 214 相关要求方法进行方法确认。

8.2.4 对分析方法中未明确规定的过程或步骤，应编制分析方法作业指导书参照执行。

8.2.5 方法验证的过程及结果应形成报告，并附全过程的原始记录，保证过程及结果可追溯。

8.3 试剂与耗材

8.3.1 检测活动使用的试剂与耗材应符合分析方法要求，必要时在检测活动开展前进行空白验收，空白试验结果一般不大于方法检出限。

8.3.2 微波消解罐、萃取设备、玻璃器皿等各类器皿使用后应及时清洗、晾干，防止灰尘等沾污。

8.3.3 使用标准物质时应优先选用有证标准物质。当没有市售有证标准物质时，可使用具有溯源性的标准物质，或用纯度较高（一般不低于 98%）、性质稳定的化学试剂直接配制。

8.4 样品分析

8.4.1 空白试验

每批次（最多 20 个样品）应至少做 1 次空白试验。空白样品分析结果一般应低于方法检出限，若空白样品分析结果超过方法检出限，实验室应查找原因并采取适当的纠正和预防措施，并重新对该批次样品进行分析，不得随意扣除样品空白。分析方法已有规定的，按方法规定执行。

8.4.2 定量校准

8.4.2.1 仪器定量校准

当分析方法有要求时，分析前须进行仪器定量校准（或性能核查），分析仪器定量校准应选用有证标准物质或具有溯源性的标准物质，满足分析方法要求后方可进行样品测定。

8.4.2.2 校准曲线

样品分析时需要绘制校准曲线，校准浓度点至少 5 个（空白除外），尽可能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。有机检测项目校准曲线的目标物相对响应因子（RRF）的相对标准偏差（RSD）应 $\leq 20\%$ ，或相关系数 ≥ 0.995 ，其他项目校准曲线的相关系数一般 ≥ 0.999 。分析方法有规定时，按方法规定执行。

8.4.2.3 仪器稳定性检查

连续进样分析时，每批次（最多 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。分析方法有规定的，按分析方法的规定进行；分析方法无规定时，无机检测项目分析相对误差应控制在 10% 以内，有机检测项目分析相对误差应控制在 20% 以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新分析该批次全部样品。

8.5 实验室质量控制

8.5.1 实验室内部质量控制

8.5.1.1 精密度控制

8.5.1.1.1 室内平行

每批样品分析时，满足平行样品分析条件的检测项目（挥发性有机物的项目除外）均须做室内平行双样分析。分析方法无规定时，每批次（不超过 20 个样品）应至少随机抽取 1 个样品进行室内平行双样分析。分析方法有规定的，按分析方法的规定执行。

室内平行样精密度相对偏差允许范围分析方法有规定的，按分析方法的规定执行，无规定时按照附录 A 中表 A.1~A.4 执行；若室内平行双样测定值的相对偏差在允许范围内，则该平行双样的精密度控制判定为合格，否则为不合格。精密度控制结果不合格时，表明该批次样品分析测试结果可疑，应查明原因，重新进行该批次样品分析测试。

所有分析测试任务完成后，按单个测试项目计，实验室精密度控制结果合格率应达到 95%，合格率按照公式（3）进行计算：

$$q = \frac{n}{N} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- q —— 合格率；
- n —— 合格样品；
- N —— 总分析样品数。

8.5.1.2 准确度控制

8.5.1.2.1 控制方法

实验室分析准确度可选用分析有证标准物质、加标回收试验进行控制。

8.5.1.2.2 有证标准物质

8.5.1.2.2.1 当具备与被测土壤样品基体相同或类似的有证标准物质时，分析方法无规定时每批次（不超过 20 个样品）应至少插入 1 个有证标准物质作为质控样品；方法有规定的，按分析方法的规定执行。

8.5.1.2.2.2 有证标准物质分析测试结果应落入标准物质保证值（在 95% 的置信水平）范围之内，分析方法有规定的，按规定执行。

8.5.1.2.2.3 有证标准物质分析测试合格率应达到 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，重新分析该批次样品。

8.5.1.2.3 基体加标回收率试验

8.5.1.2.3.1 当采用基体加标回收率试验对准确度进行控制时，每批次（最多 20 个样品）应至少抽取 1 个样品进行加标回收率试验。

8.5.1.2.3.2 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，未检出时，加标量为方法检出限的（3~10）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。分析方法有规定的，按分析方法规定执行。

8.5.1.2.3.3 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，采取适当的措施，并对该批次样品重新进行分析测试。加标回收率测定结果准确度允许范围分析方法有规定的，按规定执行。分析方法无规定时，加标回收率测定结果准确度允许范围参考附录 A 中表 A.1~A.4 执行。

8.5.1.2.4 替代物加标回收率试验

在进行有机污染物指标分析时，当分析方法有要求时应进行替代物加标回收率试验，具体分析步骤参照分析方法执行。

8.5.2 实验室外部质量控制

8.5.2.1 控制方法

外部质量控制单位可选用密码平行样、留样复测、密码质控样等方式进行外部质量控制。

8.5.2.2 密码平行样

8.5.2.2.1 采样时，按外部质量控制单位要求采集5%~10%（不少于5个）的现场平行样。土壤平行样的采集原则上应覆盖修复工程中的基坑底部和基坑侧壁、异位修复后土壤堆体、原位修复后土壤、潜在二次污染区域等土壤样品。

8.5.2.2.2 外部质量控制单位可从检测机构所采集平行样中随机抽取50%样品（可视实际情况增减比例，不少于5个）进行加密，形成密码平行样，送原检测机构进行分析。密码平行样的比对分析结果判定参照附录B执行。

8.5.2.2.3 按批次分别统计各监测指标的合格率，原则上合格率均不得低于100%。如合格率低于100%，应进行原因分析，采取适当的纠正和预防措施，并对该批次及受相关原因影响的样品进行重新分析，必要时重新采样。

8.5.2.2.4 一般情况下仅对GB 36600与GB/T 14848中涉及的污染物进行加密，上述标准中不涉及的污染物项目暂不进行比对结果判定。

8.5.2.3 留样复测

8.5.2.3.1 外部质量控制单位可从已完成测试、在保存有效期内且待测目标化合物相对稳定的样品中，任意选取5%~10%（不少于10个）样品或样品提取液进行重编码加密，然后从中抽取50%样品（可视实际情况增减比例，不少于10个样品）返回检测机构进行复测，与原测定结果进行比较。留样复测应基于相同的分析方法和仪器设备。

8.5.2.3.2 留样复测结果的精密度以相对偏差表示，按照下列规则判定是否合格：土壤重金属和无机物的测试精密度按照附录A中表A.1~A.2的允许范围判定是否合格；土壤有机污染物的测试精密度按照监测方法中的允许范围判定是否合格，监测方法中无允许范围时，按照附录A中表A.5的允许范围判定是否合格；地下水样品的测试精密度按照监测方法允许范围判定是否合格，监测方法中无允许范围时，按照附录A中表A.3~A.4的允许范围判定是否合格。

8.5.2.3.3 以单个测试项目计，留样复测合格率不得低于95%。如合格率低于95%，应进行原因分析，并对该批次及受相关原因影响的样品进行重新采样分析、接受外部质量控制监督。

8.5.2.4 密码质控样

8.5.2.4.1 宜使用有证标准样品作为外部密码质控样。

8.5.2.4.2 有证标准样品的分析测试结果应在标准物质保证值（在95%的置信水平）范围之内，分析方法有规定的可参照分析方法执行。

8.5.2.4.3 密码质控样的分析测试合格率应达到100%。

8.6 记录与报告

8.6.1 应保证监测数据的完整性，确保全面、真实、客观地反映测试结果，不得人为干预测试结果。

8.6.2 测定结果小数位数与方法检出限一致，最多保留3位有效数字；室内平行双样结果以均值报出，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，同时给出方法检出限。

8.6.3 平行双样检测结果计算相对偏差时，当参与计算的两个值均为未检出时，则均值报未检出，相对偏差不需要计算，按符合参与质控比例统计；当平行双样的检测结果中一个值未检出，一个值检出且小于测定下限时，未检出值以 1/2 检出限参与均值计算，相对偏差不需要计算，按符合参与质控比例统计。

8.6.4 实验室分析人员应及时填写原始记录，校核人员应检查记录是否完整、录入计算机时是否有误、数据是否异常等。原始记录应有分析人员和校核人员的签名。仪器设备直接输出的数据和谱图应以纸质或电子介质的形式完整保存，电子介质储存的记录应采取适当措施备份保存，防止记录丢失、失效或篡改。

8.6.5 监测报告应实行三级审核制度。应对记录和数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核。审核范围应包括样品采集、样品保存、样品流转与运输、分析检测原始记录等。原始记录中应包括质量控制相关记录。

9 质量控制报告与评价

检测机构在完成分析测试任务后，应对最终报出的所有样品的分析测试结果可靠性和合理性进行全面、综合的评价，编制质量控制总结报告，内容包括但不限于：

- 选用的分析方法及检出限、分析人员；
- 数据及控制合格率；
- 精密度数据及各指标数量、符合性判定与合格率；
- 正确度数据及各指标数量、符合性判定与合格率；
- 总体质量控制结果或评价。

附 录 A
(资料性)
精密度和正确度允许范围

检测项目分析方法未明确测试精密度和正确度等内容时，其允许范围可参见表 A.1~表 A.4；需要留样复测时，土壤有机物分析测试精密度允许范围参见表 A.5。

表 A.1 土壤样品中主要检测项目分析测试精密度和正确度允许范围

检测项目	含量范围 (mg/kg)	精密度	正确度
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)
总镉	<0.1	35	75~110
	0.1~0.4	30	85~110
	>0.4	25	90~105
总汞	<0.1	35	75~110
	0.1~0.4	30	85~110
	>0.4	25	90~105
总砷	<10	20	85~110
	10~20	15	90~105
	>20	10	90~105
总铜	<20	20	85~110
	20~30	15	90~105
	>30	10	90~105
总铅	<20	25	80~110
	20~40	20	95~110
	>40	15	90~105
总铬	<50	20	85~110
	50~90	15	85~110
	>90	10	90~105
总锌	<50	20	85~110
	50~90	15	85~110
	>90	10	90~105
总镍	<20	20	80~110
	20~40	15	85~110
	>40	10	90~105
六价铬	/	20	70~130

表 A.2 土壤样品中其他检测项目分析测试精密度和正确度允许范围

检测项目	含量范围	精密度	正确度
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)
无机元素	≤10MDL	30	80~120
	>10MDL	20	90~110
挥发性有机物	≤10MDL	50	70~130
	>10MDL	25	
半挥发性有机物	≤10MDL	50	60~140
	>10MDL	30	
难挥发性有机物	≤10MDL	50	60~140
	>10MDL	30	

注：“MDL”表示方法检出限。

表 A.3 地下水样品中主要检测项目分析测试精密度和正确度允许范围

检测项目	含量范围 (mg/L)	精密度	正确度
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)
总镭	<0.005	15	85~115
	0.005~0.1	10	90~110
	>0.1	8	95~115
总汞	<0.001	30	85~115
	0.001~0.005	20	90~110
	>0.005	15	90~110
总砷	<0.05	15	85~115
	≥0.05	10	90~110
总铜	<0.1	15	85~115
	0.1~1.0	10	90~110
	>1.0	8	95~105
总铅	<0.05	15	85~115
	0.05~1.0	10	90~110
	>1.0	8	95~105
六价铬	<0.01	15	90~110
	0.01~1.0	10	90~110
	>1.0	5	90~105
总锌	<0.05	20	85~120
	0.05~1.0	15	90~110
	>1.0	10	95~105
氟化物	<1.0	10	90~110
	≥1.0	8	95~105
氰化物	<0.05	20	85~115
	0.05~0.5	15	90~110
	>0.5	10	90~110

表 A.4 地下水样品中其他检测项目分析测试精密度和正确度允许范围

检测项目	含量范围	精密度	正确度
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)
无机元素	≤10MDL	30	70~130
	>10MDL	20	
挥发性有机物	≤10MDL	50	70~130
	>10MDL	30	
半挥发性有机物	≤10MDL	50	60~130
	>10MDL	25	
难挥发性有机物	≤10MDL	50	60~130
	>10MDL	25	

注：“MDL”表示方法检出限。

表 A.5 土壤有机物留样复测分析测试精密度允许范围

含量范围 (mg/kg)	相对偏差 (%)
>100	5
10~100	10
1.0~10	20
0.1~1.0	25
<0.1	30

附录 B
(规范性)
密码平行样品分析结果比对判定规则

B.1 基本判定原则

B.1.1 土壤选取修复目标值及相应的管制值为土壤密码平行样品比对分析结果评价依据，地下水选取《地下水质量标准》(GB/T 14848—2017)中地下水质量III类或IV类标准限值(视地下水评价目标选取)为地下水密码平行样品比对分析结果评价依据。

B.1.2 当两个土壤样品比对分析结果均小于修复目标值，或均大于修复目标值且小于相应管制值时，或均大于相应管制值时，判定比对结果合格，称为区间判定；否则应当比较两个比对分析结果的相对偏差(RD)，在最大允许相对偏差范围内为合格，其余为不合格，称为相对偏差判定。

B.1.3 当采用地下水采用III类标准限值进行评价时，两个地下水样品比对分析结果均小于等于地下水III类标准限值，或均大于地下水III类标准限值且小于等于IV类标准限值，或均大于IV类标准限值，判定比对结果合格，称为区间判定；否则应当比较两个比对分析结果的相对偏差(RD)，在最大允许相对偏差范围内为合格，其余为不合格，称为相对偏差判定。

当采用地下水采用IV类标准限值进行评价时，两个地下水样品比对分析结果均小于等于IV类标准限值，或均大于IV类标准限值，判定比对结果合格，称为区间判定；否则应当比较两个比对分析结果的相对偏差(RD)，在最大允许相对偏差范围内为合格，其余为不合格，称为相对偏差判定。

B.2 相对偏差计算

现场采集的土壤或地下水密码平行样品，开展实验室内平行分析，获得测试结果A和B，当测试结果低于方法检出限时以方法检出限的1/2参与计算。当两个测试结果的均值小于4倍方法检出限时，直接判定为合格结果；当两个测试结果的均值等于或大于4倍方法检出限时，按照表B.1要求对测试结果分别进行判定。

表B.1 判定规则

样品类别	污染物	判定规则
土壤样品判定标准	无机污染物	首先进行区间判定，区间判定不合格则应当进行相对偏差判定；比较A和B的RD，若RD小于等于25%，则结果为合格，否则为不合格。
	挥发性有机污染物	首先进行区间判定，区间判定不合格则应当进行相对偏差判定；比较A和B的RD，若RD小于等于65%，则结果为合格，否则为不合格。
	半挥发性有机污染物	首先进行区间判定，区间判定不合格则应当进行相对偏差判定；比较A和B的RD，若RD小于等于40%，则结果为合格，否则为不合格。
地下水样品判定标准	无机污染物	首先进行区间判定，区间判定不合格则应当进行相对偏差判定；比较A和B的RD，若RD小于等于30%，则结果为合格，否则为不合格。
	挥发性有机污染物/半挥发性有机污染物	首先进行区间判定，区间判定不合格则应当进行相对偏差判定；比较A和B的RD，若RD小于等于35%，则结果为合格，否则为不合格。

参 考 文 献

- [1] GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- [2] HJ/T 373 固定污染源监测 质量保证与质量控制技术规范（试行）
- [3] HJ 491 土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
- [4] HJ 605 土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集气相色谱-质谱法
- [5] HJ 630 环境监测质量管理技术导则
- [6] HJ 680 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法
- [7] HJ 702 固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法
- [8] HJ 766 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法
- [9] HJ 780 土壤和沉积物 无机元素的测定 波长色散X射线荧光光谱法
- [10] HJ 781 固体废物 22种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- [11] HJ 803 土壤和沉积物 12种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法
- [12] HJ 832 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法
- [13] HJ 834 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法
- [14] HJ 923 土壤和沉积物 总汞的测定 催化热解-冷原子吸收分光光度法
- [15] HJ 974 土壤和沉积物 11种元素的测定 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法
- [16] CNAS-CL01 检测和校准实验室能力认可准则
- [17] 环办土壤〔2017〕67号 重点行业企业用地调查样品采集保存和流转技术规定
- [18] 环办土壤函〔2017〕1896号 重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规定（试行）
- [19] 生态环境部公告2022年第17号 建设用土壤污染状况调查质量控制技术规定（试行）
- [20] 广东省建设用土壤污染状况调查、风险评估及效果评估报告技术审查要点（试行）
- [21] 广州市土壤污染状况调查及修复效果评估监测质量监督工作指引（试行）