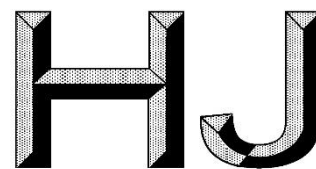


附件2



# 中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 166—202□

代替 HJ/T 166—2004

---

## 土壤环境监测技术规范

Technical specifications for soil environmental monitoring

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

---

发布

生态环境部

# 目 次

前 言 .....	ii
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义 .....	1
4 监测方案编制.....	2
5 监测项目和监测频次.....	2
6 点位布设 .....	2
7 样品采集 .....	7
8 样品制备 .....	14
9 样品流转 .....	18
10 样品保存 .....	19
11 样品分析.....	20
12 质量保证和质量控制.....	24
附录 A（资料性附录） $t$ 分布表.....	25
附录 B（资料性附录） 土壤样品库的建设和管理 .....	26

# 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国土壤污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤环境监测工作，制定本标准。

本标准规定了土壤环境监测的监测方案编制、监测项目和监测频次、点位布设、样品采集、样品制备、样品流转、样品保存、样品分析及质量保证和质量控制等方面的技术内容。

本标准的附录 A~附录 B 为资料性附录。

本标准是对《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166—2004）的修订。

本标准首次发布于 2004 年，原标准起草单位为中国环境监测总站和南京市环境监测中心站。本次为第一次修订，主要修订内容如下：

——修订了不同监测单元的点位布设方法。

——修订了采样方法，完善了检测无机项目样品的表层采样方法，补充了检测有机项目样品的采样方法。

——细化了样品制备过程，补充了样品制备环境要求、质量控制内容和检测有机项目的样品制备内容。

——完善了土壤样品库的建设和管理。

——完善了质量保证和质量控制内容，更新了质量控制结果的评价标准。

自本标准实施之日起，《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166—2004）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。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、江西省生态环境监测中心、天津市生态环境监测中心、生态环境部南京环境科学研究所和生态环境部固体废物与化学品管理技术中心。

本标准生态环境部 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 土壤环境监测技术规范

## 1 适用范围

本标准规定了土壤环境监测的监测方案编制、监测项目和监测频次、点位布设、样品采集、样品制备、样品流转、样品保存、样品分析及质量保证和质量控制等方面的技术内容。

本标准适用于土壤环境监测，包括区域土壤环境、污染源周边土壤环境、饮用水源地周边土壤环境和土壤环境污染事故等类型的监测。建设用地土壤环境监测样品采集、保存、流转及质量保证和质量控制参照本标准执行。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 15618 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准（试行）

GB/T 10111 随机数的产生及其在产品质量抽样检验中的应用程序

GB/T 17296 中国土壤分类与代码

GB/T 17989.2 控制图 第2部分：常规控制图

GB/T 32722 土壤质量 土壤样品长期和短期保存指南

GB/T 32724 记录土壤和现场信息的格式

HJ 168 环境监测分析方法标准制订技术导则

HJ 630 环境监测质量管理技术导则

HJ 1019 地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则

HJ 1185 区域性土壤环境背景含量统计技术导则（试行）

《国土空间调查、规划、用途管制用地用海分类指南》（自然资办发〔2023〕234号）

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**土壤环境** soil environment

地球环境由岩石圈、水圈、土壤圈、生物圈和大气圈构成，土壤位于该系统的中心，既是各圈层相互作用的产物，又是各圈层物质循环与能量交换的枢纽。受自然和人为作用，内在或外显的土壤状况称之为土壤环境。

## 3.2

### 监测单元 monitoring unit

监测区域按照行政区域、地形、流域、成土母质（岩）、土壤分类、土地利用类型和环境影响等划分的空间单元。同一监测区域，可能叠加多种类型监测单元。同一监测单元，可能在空间上不连续分布。

## 4 监测方案编制

监测方案制定符合 HJ 630，应明确监测目的、监测范围、监测时间、监测项目和监测频次、分析方法、评价标准和组织实施等监测计划；规定点位布设、样品采集、样品制备、样品流转、样品保存、样品分析及质量保证和质量控制等技术内容。其中，样品流转和保存贯穿于采样、制样、样品分析和质量控制等环节。为确保样品质量和各环节顺畅衔接，工作开展前应明确样品数量、样品性质、样品粒径、样品量、样品保存和运输条件及每份样品的接收时间、地点、交接人员和质控样品插入要求等。

## 5 监测项目和监测频次

监测项目和监测频次依据环境管理需求和监测目的确定。

监测项目选择应优先考虑评价标准所涉及项目，如 GB 15618 中所要求控制的污染物；结合已有监测结果和可能的污染因素监测相应的特征污染物。土壤环境污染事故应监测逸散的污染物及可能产生的次生污染物。

反映土壤环境背景含量的监测推荐5年~10年开展1次，其他反映区域性土壤环境的监测推荐3年~5年开展1次；污染源或饮用水源地周边土壤环境监测推荐1年~3年开展1次；土壤环境污染事故监测频次根据遗撒的污染物浓度、总量、扩散速度和应急处置方式等实际情况确定。

## 6 点位布设

### 6.1 点位布设原则

点位布设应符合监测目的要求，保证其科学性、代表性和可行性，点位数量还应考虑统计量要求、区域经济水平、技术水平和实际采样条件等因素。历史监测点位应在符合监测目的的基础上尽量沿用，以便开展长时间序列变化趋势评价。

### 6.2 点位布设资料收集

根据监测目的，选择收集监测区域内以下资料：

- a) 自然环境资料，包括地形、地貌、植被、土壤类型、成土母质（岩）类型、水文地质、气候和矿产资源分布等；
- b) 图件资料，包括行政区域划分图、土壤类型图、成土母质（岩）类型图和土地利用类型图等资料；
- c) 社会生产资料，包括工农业生产及排污、污水灌溉和化肥农药施用情况资料等；

- d) 土地利用现状及其演变过程方面的资料等;
- e) 土壤历史资料和相应的法律法规。

### 6.3 区域土壤环境监测点位布设

#### 6.3.1 监测单元划分

土壤环境状况监测包括不同尺度的、以评价区域土壤环境为目的的监测,监测单元的划分方式包括:

- a) 按照管理尺度划分,包括行政区域、流域和经济区(带)等;
  - b) 按照土壤空间异质性的主导因素划分,包括地形、成土母质(岩)和土壤分类等,土壤分类参考 GB/T 17296;
  - c) 按照土地利用类型划分,包括农用地、林地和未利用地等,土地利用类型划分参考 GB 15618 或《国土空间调查、规划、用途管制用地用海分类指南》;
  - d) 按照土壤污染、疑似污染或潜在污染情况划分,如:某元素或化合物土壤污染区域等。
- 也可以是上述方式的组合或进一步细化,如:全国淋溶土背景含量和长江流域棕壤环境状况等。

#### 6.3.2 点位数量估算

##### 6.3.2.1 基础样本数量计算方法

###### 6.3.2.1.1 均方差和绝对偏差法

基础样本数量按公式(1)计算:

$$N = \frac{t^2 s^2}{d^2} \quad (1)$$

式中:  $N$ ——基础样本数量,个;

$t$ ——选定置信水平(土壤环境监测一般选定为 95%)和一定自由度下的  $t$  值(参见附录 A);

$s^2$ ——均方差,可从已有的相关研究或者从极差  $R$  ( $s^2=(R/4)^2$ ) 估计;

$d$ ——可接受的绝对偏差。

$s$  和  $d$  的量纲一致。

示例:

某地土壤多氯联苯(PCB)的浓度范围 0~13 mg/kg,若 95%置信度时平均值与真值的绝对偏差为 1.5 mg/kg,  $s$  为 3.25 mg/kg,在未知平均值与真值差异方向性时,按双尾检验,初选自由度为 10,则:

$$N = (2.228)^2 (3.25)^2 / (1.5)^2 = 24$$

因为 24 比初选的 10 大得多,重新选择自由度为 20,查  $t$  值计算得:

$$N = (2.086)^2 (3.25)^2 / (1.5)^2 = 21$$

即基本样本数量为 21 个。

### 6.3.2.1.2 变异系数和相对偏差法

基础样本数量按公式（2）计算：

$$N = \frac{t^2 CV^2}{RD'^2} \quad (2)$$

式中： $N$ ——基础样本数量，个；

$t$ ——选定置信水平（土壤环境监测一般选定为95%）和一定自由度下的 $t$ 值（参见附录A）；

$CV$ ——变异系数，%；

$RD'$ ——可接受的相对偏差（土壤环境监测一般限定为20%~30%），%。

$CV$ 可从已有的相关研究资料中估计，已开展过土壤环境监测的区域，可以参考最近时期或最相近情况的 $CV$ ；没有开展过土壤环境监测的区域，可参考上一级区域或相似条件的 $CV$ ；没有历史资料的地区、土壤变异程度不太大的地区，一般 $CV$ 可用10%~30%粗略估计。

### 6.3.2.2 点位数量

根据监测目的、监测精度和监测范围内环境状况等因素确定拟定点位数量，然后进行点位布设。

每个监测单元内点位总数可根据采样单元面积和最优网格尺度确定，一般不少于3个。

开展区域土壤环境监测且需要采用统计量方法进行评价时，理论上，点位数量不得低于基础样本数量或参考HJ 1185中规定。当同一点位监测多个项目时，应取最大基础样本数量。考虑到土壤变异的不确定性、可能出现异常样品和异常值等因素，为保证统计数据的有效性，点位数量宜适度高于基础样品数量。获取土壤环境监测数据后，按照公式（1）或公式（2）进行反算，若实际结果与预期的偏差不可接受，应考虑补充点位。

### 6.3.3 点位布设要求

#### 6.3.3.1 网格划分方法

网格布点法适合于监测单元内土壤性质和污染特征不明确或特征不明显的情况。布设点位前，需在监测单元内划分网格，为避免过多破碎网格或网格落在商服用地、住宅用地、公共管理与公共服务用地、特殊用地、工矿仓储用地、交通运输用地或河流等区域，可根据实际情况适当调整网格的起始位置。

监测网格大小取决于监测单元面积和拟定点位数量。

网格间距 $L$ 按公式（3）计算：

$$L = \sqrt{\frac{A}{N_0}} \quad (3)$$

式中： $L$ ——网格间距，km或m；

$A$ ——采样单元面积 $\text{km}^2$ 或 $\text{m}^2$ ；

$N_0$ ——拟定点位数量，个。

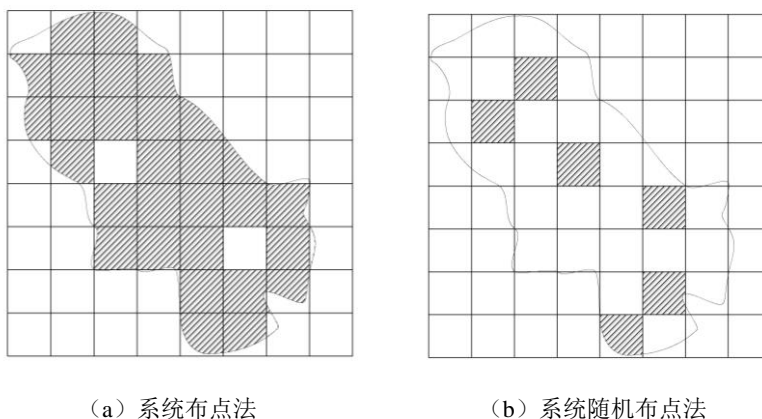
$A$ 的单位是 $L$ 的导出单位， $L$ 的单位为km，则 $A$ 的单位是 $\text{km}^2$ 。

### 6.3.3.2 点位布设方法

先确定监测单元内可布点网格，可布点网格中所属监测单元的土壤面积比例一般大于 30%；特殊地形、地貌或有特定管理需求时，土壤面积比例可适度降低。

点位布设方法分为系统布点法和系统随机布点法：

- a) 系统布点法：筛选可布点网格，在每个可布点网格内布设 1 个点位，见图 1（a）。
- b) 系统随机布点法：可布点网格数量大于拟定点位数量时，可利用掷骰子、抽签或查随机数表等方法抽取网格并在其内布点。随机数骰子方法参见 GB/T 10111。例如：图 1（a）范围内有 31 个可布点网格，计划布设 6 个点位，则通过随机方式获取 6 个网格，如图 1（b）所示，在这 6 个网格中布点。



注：阴影部分为可布点网格。

图 1 网格布点方法示意图

### 6.3.3.3 点位布设位置

网格中的布点位置应满足以下要求：

- a) 布设在网格内优势影响因素（包括行政区域、土地利用类型、土壤分类或土壤污染分级等）所在范围内，选择面积较大的地域，并布设在其中心区域，满足代表性要求。
- b) 布设在地形相对平坦、稳定的地点。
- c) 不宜布设在河流、湖库或岩石等无法获取土壤的位置。
- d) 远离与监测目的无关的干扰源，包括污染源、住宅或道路等。
- e) 便于实施采样操作。
- f) 背景点应布设在仅受地球化学过程和非点源输入影响的区域。

## 6.4 污染源周边土壤环境监测点位布设

根据污染源类型（点源、大气源、水污染源、面源等）和污染迁移扩散特征，污染源对周边区域的影响可分为大气影响型、水影响型、固体废物影响型和综合影响型。每个污染源周边土壤的布点数量根



据监测目的、污染源规模、污染类型和影响范围等因素确定，一般不少于 3 个点位。已确认有污染的历史点位应尽量保留。

a) 大气影响型

以污染源为中心，在 4 个垂直方向上或在主导风向的下风向布点。布点位置根据排放源高度和气象条件等参数确定。

b) 水影响型

自污染源或排放口起按水流方向由密渐疏带状布点。

c) 固体废物影响型

监测道路交通移动源遗撒物对土壤的影响时，可沿道路两侧带状布点。

d) 综合影响型

同时受到大气和水迁移影响时，综合采用 a) 和 b) 进行布点，重合或相近的点位可以选择其一。

## 6.5 饮用水源地周边土壤环境监测点位布设

河流型和湖库型饮用水源地以取水口为端点，向非水方向带状布点。

每个水源地保护区布设不少于 3 个点位，其中 1 个点位尽可能靠近取水口，其余 2 个点位在保护区带状分散布点。未划定保护区或保护区不易布设点位时，应尽可能靠近水源地的上游布点。开展详细调查时，也可结合 6.3.3 的方式布点。应优先在已确认污染或疑似污染的地方布点。

## 6.6 土壤环境污染事故监测点位布设

污染事故监测应根据污染物颜色印渍和气味，结合地势和风向等因素确定疑似土壤污染区域，根据污染事故类型布点，并至少布设 2~3 个对照点。

固体污染物抛洒污染型，清扫后在污染物原覆盖范围内布设不少于 3 个点位。

液体倾翻污染型，污染物向低洼处流动且向深度方向和两侧横向方向扩散，自事故发生地沿污染迁移方向由密到疏布点，点位不少于 5 个。

爆炸污染型，以放射状同心圆方式布点，点位不少于 5 个。

土壤污染纠纷的法律仲裁调查应适当增加点位数量。

## 6.7 点位现场核查

### 6.7.1 准备工作

现场核查工作前，应合理设计核查路线，准备核查所需工具，包括定位设备、摄像设备和现场核查记录表等。

### 6.7.2 现场核查原则

使用满足监测精度要求的定位设备定位监测点位，核查点位与监测目的和布点规则的一致性，确定其代表性及采样可行性。

### 6.7.3 点位确认

点位布设后，开展现场核查，确认土壤点位。发现监测点位与监测目的或布点技术不符、周边环境对其存在明显干扰（包括粪坑或坟墓等）、无法到达或不适于采样等情况，应根据现场情况进行点位调整，点位调整应满足监测目的和布点规则。点位确认与采样时间间隔较长时，应考虑社会经济发展和土地利用方式变化等因素，在采样前或采样时对点位进行再核查。

### 6.8 点位布设质量保证和质量控制

点位布设过程中应采取有效措施，保证点位科学性和代表性。

- a) 根据布点原则和目的，对点位布设位置开展质量监督；可结合点位现场核查，对点位位置进行抽查。
- b) 点位现场核查所用定位设备定位准确、稳定，精度达到米数量级。
- c) 发生点位调整时，应获得相关工作负责人确认。

## 7 样品采集

### 7.1 采样准备

#### 7.1.1 采样资料收集

根据监测需求，结合点位布设所收集的资料，应补充收集：

- a) 图件资料，包括监测区域交通图、水文地质图和大比例尺地形图等资料，用于制作采样工作图和标注采样点位；
- b) 污染事故监测时，收集相关污染物的毒性、稳定性和消除方法等资料。

#### 7.1.2 物资准备

根据采样需求准备采样物资，可包括：

- a) 工具类：铁锹、铁铲、取土钻、螺旋取土钻、木铲、竹片和适合特殊采样要求的工具等；聚乙烯薄膜、牛皮纸、四分器和搪瓷盘等适合四分法缩分样品的工具等；
- b) 器材类：定位设备、摄像设备、测量工具（标尺、便携手提秤）、样品袋（布袋和聚乙烯袋）、棕色密封玻璃瓶（广口磨口玻璃瓶或带聚四氟乙烯密封垫的螺口玻璃瓶）、样品箱、手持终端等信息化设备、打印机和无人机等智能设备、必要的现场快速监测仪器及大型钻机；
- c) 文具类：样品标签、采样记录表、土壤比色卡和资料夹等；
- d) 安全防护类：工作服、工作鞋、安全帽和药品箱等；
- e) 运输类：包括运输车辆和车载冷藏箱等。

### 7.2 采样阶段

#### 7.2.1 前期采样

前期采样用于初步验证污染物种类、污染物空间分异性和判断土壤的污染程度，可根据监测目的和

监测对象的具体情况选择性开展，可与现场核查同时进行，也可使用现场快速监测仪器进行现场测试。监测单元面积较小时可直接采样。

### 7.2.2 正式采样

正式采样前应进行采样点位确认。采样点位与布设点位之间的距离，即采样精度根据监测目的或质量要求确定。

按照监测方案实施现场采样，然后将样品送至实验室进行制样和分析测试。

### 7.2.3 补充采样或复采

正式采样的样品分析测试后，若发现有下列情形之一，应补充采样或复采：

- a) 点位布设、采样位置、采样方式或样品数量等未完全满足监测目的需要。
- b) 样品采集、运输、制备或分析过程中出现质量问题。
- c) 监测结果出现异常，复测后仍存在异常。
- d) 需进一步确定污染影响范围等。

## 7.3 采样方法

### 7.3.1 采样方法分类

采集样品的方法主要取决于监测目的。

根据采样深度的不同，采样方法可分为表层样采集和分层样采集，分层样采集又包括深层样采集和剖面样采集。在研究土壤环境状况时，一般采集表层样；在研究土壤环境背景含量、垂向污染状况或土壤环境污染事故监测时，采集分层样。

根据检测项目的不同，采样方法分为检测理化特征、无机物和有机物的样品采集。

根据取土方式的不同，采样方法分为单点样和混合样采集，单点样注重发现和表征某一位置土壤中目标物性质，一般在简单调查或捕获污染的监测中采用，污染源或饮用水源地周边土壤环境和土壤环境污染事故等类型的监测常采集单点样；混合样可以更好地反映土壤中目标物性质的代表性并降低监测成本，在较大区域的土壤环境状况监测中经常采用。

### 7.3.2 不同深度采样方法

#### 7.3.2.1 表层样采集

表层样取表层 0 cm~20 cm 土壤，特殊需要也可以适当增加或减少土层深度，种植果林类植物时可采集 0 cm~60 cm 土壤；污染事故监测时可采集 0 cm~5 cm 土壤。采集时应首先清除土壤表面的植物残骸和石块等杂物，取土时应尽可能做到垂直方向等量取样，不要斜向切割。表层样可采单点样和混合样。

### 7.3.2.2 深层样采集

#### 7.3.2.2.1 采样方式

深层样采集以钻孔取样为主，也可以采取槽探方式。

钻孔取样可采用人工或机械钻机钻孔后取样：手工钻探采样的设备包括螺纹钻、管钻和管式采样器等；机械钻探包括实心螺旋钻、中空螺旋钻和套管钻等。槽探一般靠人工或机械挖掘采样槽，采样槽断面应平整，根据现场条件和计划采样数量设置一定断面宽度；槽探取样可通过锤击敞口取土器取样或人工刻切块状土取样。深层样可采单点样和混合样。

深层样采集按采样深度可分为随机深度采样、分层随机深度采样和规定深度采样（见图2）。

#### 7.3.2.2.2 随机深度采样

适合土壤垂直方向污染程度变化不大的监测单元，采样深度按公式（4）计算：

$$H_1 = H_0 \times RN \quad (4)$$

式中： $H_1$ ——采样深度，m；

$H_0$ ——土孔或土槽总深度，m；

$RN$ ——0~1之间的随机数，按GB/T 10111推荐随机数骰子法产生。

#### 7.3.2.2.3 分层随机深度采样

根据土壤的成土因素、土壤粒级、污染程度或地下水埋深等因素将土壤垂直方向分成多层，每层采1个样品，每层的采样深度按公式（5）计算：

$$H_1 = H_2 \times RN \quad (5)$$

式中： $H_1$ ——采样深度，m；

$H_2$ ——每层土壤总深，m；

$RN$ ——0~1之间的随机数，按GB/T 10111推荐随机数骰子法产生。

#### 7.3.2.2.4 规定深度采样

研究土壤污染随深度变化时，可按规定深度由表层开始向下由密渐疏或等间距等设置采样点进行采样。发现明显污染痕迹或现场快速监测仪器识别出较重污染时，可根据实际情况调整采样深度或采样直至无污染深度。

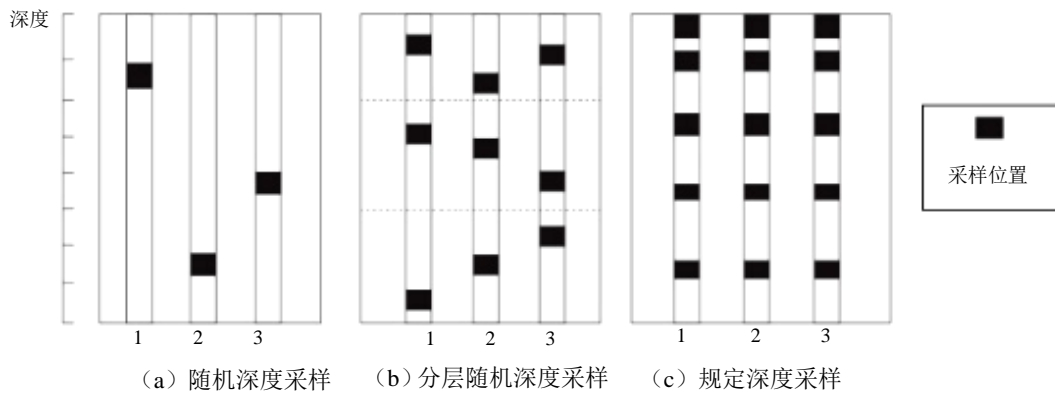


图2 土壤深度采样示意图

### 7.3.2.3 剖面样采集

剖面样应在剖面发育完整、层次较清楚的地点采样，不在多种土壤分类、多种母质母岩交错分布的地点采样。土壤剖面挖掘要使观察面向阳。一般剖面规格为1.5 m（长）×0.8 m（宽）×1.2 m（深）。地下水位小于1.2 m时，剖面挖至地下水出露时为止；山地丘陵区土层小于1.2 m时，剖面挖至母岩层。典型的自然土壤剖面分为A层（表层，腐殖质淋溶层，根系多，颜色暗，发育团粒状、碎块状等土壤结构）、B层（亚层，淀积层，具有块状、柱状等土壤结构）和C层（风化母质层，具有原始母岩、母质特征）。一般每个剖面采集A、B和C层样品。对B层不发育的、土层较薄的山地土壤，只采A和C层；干旱地区风积物或新近堆积的河流（或海洋、湖泊）冲积物厚度较厚但发育弱，剖面无B层发育的土壤，在表层A层0 cm～（5～20）cm、C1层50 cm、C2层100 cm左右采样。对A层特别深厚，1 m内见不到母质的土壤剖面，按A层0 cm～（5～20）cm、A/B层60 cm～90 cm、B层100 cm～120 cm采集土壤。水稻土按照A层（耕作层）+P层（犁底层，紧实，约10 cm）0 cm～（20～25）cm、B层（G潜育层、W潜育层）、C层分层采样，如果B层发育较深，则在B1层50 cm、B2层100 cm～120 cm处采样。

用木铲或竹片自上而下整理剖面表面后按自下而上依次采样，采样点应在各层的中间位置。

挖掘时应将表土和底土分两侧放置（见图3），采样后，将底土和表土按原层回填到采样坑中，并在采样示意图上标出采样地点，避免下次在相同处采集剖面样。

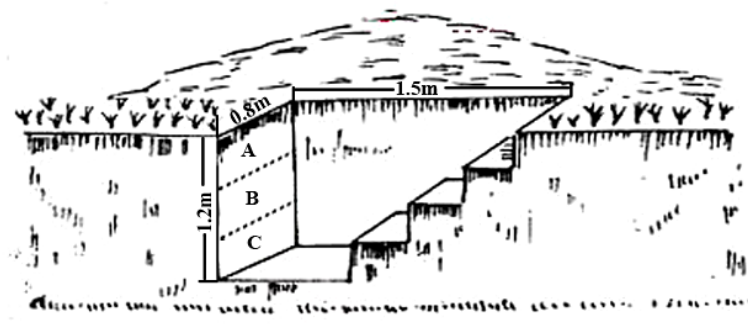


图3 土壤剖面示意图

### 7.3.3 不同检测项目采样方法

#### 7.3.3.1 检测理化特征和无机物的样品采集

检测理化特征和无机物的样品按照 7.3.4 取土采集单点样或混合样，一般使用干样进行样品分析，分析方法有特殊要求时按分析方法执行。采集检测重金属的土壤样品时，必须用木铲、竹片或竹刀刮去与金属采样器接触的土壤，再用木铲采集样品。将土壤样品先装入聚乙烯袋，为防止遗撒需在聚乙烯袋外再套一层布袋。

#### 7.3.3.2 检测挥发性有机物的样品采集

检测挥发性有机物的样品应采集单点样，使用土壤新鲜样品进行分析，采样方法按照 HJ 1019 执行，分析方法有特殊要求时按分析方法执行。将样品装入带有聚四氟乙烯衬垫的螺口玻璃瓶，密封后单独装入自封聚乙烯袋中，放入低温冷藏箱储存（温度 $\leq 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）。

#### 7.3.3.3 检测半挥发性和难挥发性有机物的样品采集

检测半挥发性和难挥发性有机物的样品应采集单点样，按照 7.3.4.1 方法取土，分析方法有特殊要求时按分析方法执行。采集到的样品转移到洁净、避光的玻璃瓶中，样品尽量充满整个空间。为防止样品沾污瓶口，可将硬纸板围成漏斗状，将样品装入玻璃瓶，密封后单独装入自封聚乙烯袋中，放入低温冷藏箱储存（温度 $\leq 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）。

### 7.3.4 不同取土方式采样方法

#### 7.3.4.1 单点样

单点样是在采样点位置采集 1 个土壤样品。

表层样的单点样是在采样点位置垂直方向取土，上下取土量尽量等量，避免斜切。钻孔法采集深层样时，单点样取一定高度的柱状；槽探法在槽面上取土，取土面一般为方形，平行表层方向取土量尽量等量。剖面样的单点样是在选定采样层的垂向中心位置取土，取土面一般为方形，平行表层方向取土量尽量等量。

#### 7.3.4.2 混合样

混合样指以采样点为中心、在一定范围内开展多点（即分样点）取土，取土范围大小根据监测目的、样品代表性要求或采样操作可行性等确定。每个分样点的取土方法与单点样相同，各分样点应等量取样，混合后合成 1 份混合样。钻孔法采集深层混合样时，以采样点为中心，多点钻孔，将同一深度样品等量取样，混合后合成 1 份混合样。槽探法和土壤剖面采集混合样时，分样点应处于选定采样层垂向中心的水平位置。

表层混合样采集方法包括对角线法、梅花点法、棋盘式法和蛇形法等（见图 4）。

- a) 对角线法：适用于地势平坦、土壤组成和受污染程度相对比较均匀的土壤，可分为单对角线法和双对角线法。单对角线法是以单对角线等分点为分样点，一般设 5 个分样点；双对角线法是以正方形 4 个角和 2 条对角线的交点为分样点，一般设 5 个分样点，面积大时可在对角线上增

加等分样点个数。

- b) 梅花点法：适用于面积相对较大、地势平坦、土壤组成和受污染程度相对比较均匀的土壤，一般设 7 分样点。
- c) 棋盘式法：适用于中等面积、地势平坦、土壤组成和污染程度有所差异的土壤，一般设 10 个左右分样点；面积较大或污染程度差异较大时可增加分样点个数。
- d) 蛇形法：适用于地势狭窄、不平坦、面积较大、土壤组成和污染程度有所差异的土壤，一般设 15 个左右分样点。

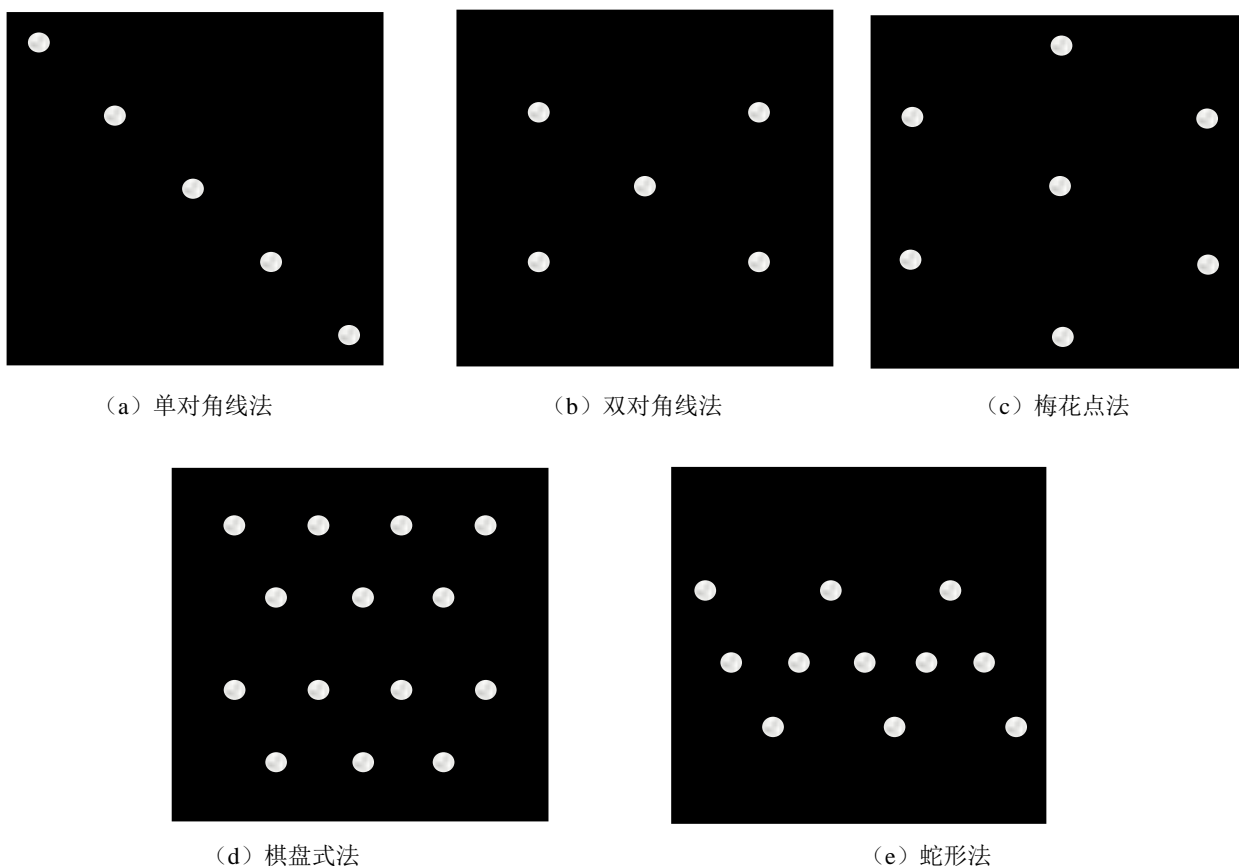


图 4 土壤混合样的采集方法示意图

### 7.3.5 采样量

检测理化特征和无机物的样品采样量一般不低于 500 g，用于长期保存的样品一般不低于 2000 g，检测半挥发性和难挥发性有机物的样品采样量一般为 250 g，有特殊要求时可以适当增减采样量。检测挥发性有机物的样品采样量参见 HJ 1019。

取土量超出需求量时，应将样品用堆锥法、翻拌法或提拉法充分混匀后，按四分法进行 1 次或多次缩分弃取（见图 5），最后留下所需的土壤样品量。

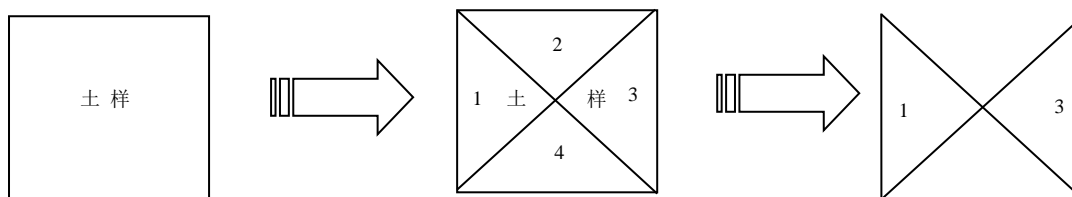


图 5 四分法缩分样品示意图

#### 7.4 采样记录和标签

采样现场由专人填写样品标签和采样记录，内容参考 GB/T 32724，应字迹清晰、填写规范。样品标签一式两份，分别置于样品内、外层容器上。标签上包含样品唯一性标识、监测项目和采样日期等信息（见图 6），应防止标签脱落或破损导致样品混淆。离开采样现场前，应逐项检查采样记录、样品标签和土壤样品，有缺项和错误时，应及时补齐更正。

可利用手持终端等信息化设备或纸质方式对采样情况进行记录，拍摄现场照片和视频，并保存和上传信息。记录内容包括采样点位坐标、采样点土壤性质（包括土壤类型、土地利用类型等）、采样时间、采样过程、采样点周边污染源和敏感受体等情况。

土壤样品标签	
样品编号:	
采样地点: 省	市 县(区) 乡(镇) 村
	东经 北纬
采样层次:	<input type="checkbox"/> A 层 <input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C 层
采样深度:	
土壤分类:	
监测项目:	
采样日期:	
采样人员:	

图 6 土壤样品标签样式（示例）

#### 7.5 采样质量保证和质量控制

采样过程中应采取有效措施，保证样品采集质量。

- a) 对采样位置、采样工具、样品容器和操作方法等进行把关，通过现场检查或远程视频监控等方式对采样工作进行质量监督。
- b) 采集检测挥发性有机物的样品时，应同时采集运输空白和全程序空白样品。
- c) 检测理化特征和无机物的样品现场平行样应由四分法分样而得，检测有机物的样品现场平行样应尽量与测试样品距离相近。
- d) 应及时清理采样工具，避免交叉污染。



## 7.6 注意事项

- a) 避免在降水、近期施肥、喷施农药、北方冻土季节和南方水田淹水季节采集土壤样品，采样点应避开田埂、地头和堆肥处，有垅的农田在垅间采样，土壤环境状况监测采样点应避开积水处。
- b) 检测多种项目需采集多个样品时，优先采集挥发性强的样品。
- c) 当农产品与其根部土壤同步采样时，以农产品的适宜采集期为主。
- d) 存在客土时，应结合监测目的和污染状况等情况综合判定后采样，必要时应在客土层和原状土层分别采样。

## 8 样品制备

### 8.1 场地和器具

#### 8.1.1 制样场所

应设置专用的干燥室和研磨室，两者应有效隔离，室内需通风良好、整洁、防酸防碱、无尘和无易挥发性化学物质。干燥室也可分为风干室、烘干室和冷冻干燥室。用于自然风干的干燥室应朝南、向阳，但严防阳光直射样品，窗户可加设防尘棉网；研磨室应配备通风除尘系统和制样操作台，制样台间应有隔板防止制样过程样品交叉污染。

#### 8.1.2 制样器具

干燥室（风干）：风干架（上下两层之间的高度不少于 30 cm）、搪瓷盘、牛皮纸、温湿度计、镊子、有机玻璃棒和木铲等。

干燥室（烘干）：土壤干燥箱（内部材质不宜对分析项目造成干扰）、搪瓷盘、牛皮纸、镊子、有机玻璃棒和木铲等。

干燥室（冷冻干燥）：冻干机、冰箱、有机玻璃棒和锡箔纸等。

研磨室：操作板（包括木质或有机玻璃材质）、木辊、木锤、木铲、聚乙烯薄膜、牛皮纸、毛刷、镊子（包括塑料和不锈钢材质）、四分器、搪瓷盘、土壤筛（一般包括孔径为 10 目即 2 mm、60 目即 0.25 mm、100 目即 0.15 mm 和 200 目即 0.075 mm 等）、玛瑙或白色瓷研钵和研杵、电子台秤（0 kg~5 kg）、高压气泵、无纺布袋、牛皮纸袋、聚乙烯袋、广口磨口玻璃瓶、带聚四氟乙烯衬垫的螺口玻璃瓶、具塞无色聚乙烯瓶、机械研磨设备、通风橱及制样工具清洗和干燥设备等。

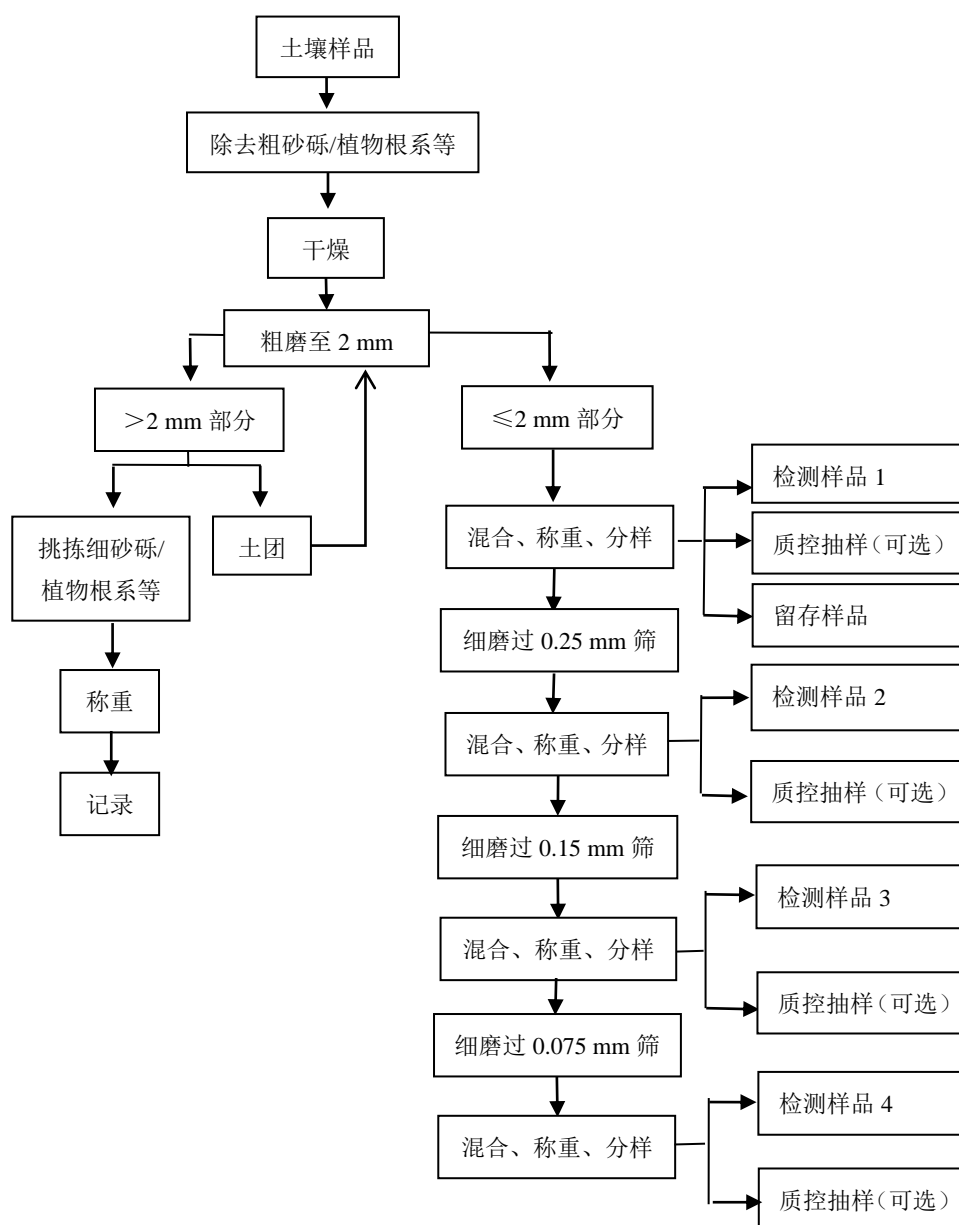
#### 8.1.3 防护用品

一般包括口罩、手套、帽子、套袖和护目镜等。

### 8.2 检测理化特征和无机物的样品制备

#### 8.2.1 样品制备流程

土壤样品制备主要包括干燥和研磨 2 个阶段（见图 7）。



注：土壤样品粒径要求应根据分析项目的相应分析方法标准确定。一般研磨过 2 mm 筛的样品可用于水分、pH 和阳离子交换量等项目的分析；过 0.25 mm 筛的样品可用于有机质等项目的分析；过 0.15 mm 筛的样品可用于金属元素全量等项目的分析；过 0.075 mm 筛的样品可用于 X 射线荧光光谱法测定金属元素等项目的分析。

图 7 检测理化特征和无机物的样品制备流程示意图

## 8.2.2 样品干燥

### 8.2.2.1 自然风干

将采集的土壤样品全部转移到已铺设牛皮纸或聚乙烯薄膜的搪瓷盘中，摊成 2 cm~3 cm 的薄层，置于风干架上。每个搪瓷盘或牛皮纸上均应有样品标签或唯一性标识，防止样

品混淆。左右 2 个搪瓷盘间距应不小于 10 cm，防止交叉污染。适时地压碎、翻动，拣出碎石、砂砾和植物残体等，避免样品结成大块而不易碾压和研磨操作。

#### 8.2.2.2 烘干

将采集的土壤样品全部转移到搪瓷盘中，摊成 2 cm~3 cm 的薄层；搪瓷盘的大小应与烘干设备相匹配。每个样品均应有样品标签或唯一性标识，贴于搪瓷盘上或粘贴/标记在烘干箱门上，避免样品混淆。烘干样品的温度应不影响样品中目标物的测定，一般不超过 35 °C。碎石、砂砾和植物残体应及时检出；应避免样品结成大块而不易碾压和研磨操作。

#### 8.2.3 样品研磨

研磨是将干燥后的土壤样品研磨至一定粒径、过筛、混匀并分装的过程。粗磨后的样品可用于检测土壤的理化特征和样品保存，细磨后的样品可用于重金属等项目检测。

多种粒径样品磨制时，应从粗到细依次全量过筛、逐级磨制，即每一粒径级的样品都全部研磨、过筛并混匀，然后再进行下一粒径级样品的研磨，并称量和记录土壤样品质量和非土壤物质的质量，样品损失应合理。

将制备好的样品装入符合要求的容器内，填写并粘贴标签。

样品粗磨和细磨过程应满足以下要求：

##### a) 样品粗磨

将风干（烘干）的样品倒在有机玻璃板上，用木锤敲打，用木滚、木棒、有机玻璃棒再次压碎，拣出碎石、砂砾和植物残体等非土壤物质，对细小的植物残体可利用塑料镊子或摩擦有机玻璃棒产生的静电作用吸除，将拣出的非土壤物质装入独立的塑封袋。利用木铲将全部土壤样品分批次转移至 2 mm 的土壤筛中筛分。通过 2 mm 筛的土壤样品装入聚乙烯袋中，贴上标签。粒径 > 2 mm、未通过的土壤样品继续磨制，直至所有样品均通过 2 mm 的土壤筛。

经 2 mm 筛分后的样品全部置入已铺垫聚乙烯薄膜或薄牛皮纸的操作板上，用 7.3.5 中方法混匀后，均匀平铺，再用四分法操作进行分样。根据需要进行分装，分别用于土壤 pH 值、阳离子交换量和有效态元素含量等项目的检测、样品长期保存和样品细磨。

##### b) 样品细磨

按四分法取上一粒径级一定量样品进行细磨，研磨过程与粗磨类似，边磨边筛；根据需要过 0.25 mm、0.15 mm 或 0.075 mm 筛。细磨样品量应不少于下一粒径级样品研磨用量和样品分析用量之和。样品分析用量应在实际使用量 10 倍以上，且不少于 10 g，以保证样品代表性。

若机械研磨能达到相关要求，也可采用。

#### 8.2.4 制样后清洗

制备每 1 份样品后，需清理工作台、操作板和所有制样器具，可使用清水、高压气泵或手持吸尘器等清洁表面附着土壤。采用清水洗涤方式时，器具须整体洗净且待工作台、操作板和器具晾干后方可再次使用。利用机械研磨样品时，需对设备中与样品接触所有部位进行清理。使用高压气泵或手持吸尘器清理土壤筛时，需注意吹扫土壤筛各个侧面，确保土壤筛内外无残留土壤。

## 8.2.5 样品制备质量控制

### 8.2.5.1 样品损失率

样品损失率按公式（6）计算：

$$w_1 = \left( 1 - \frac{m_1 + m_2}{m_3} \right) \times 100\% \quad (6)$$

式中： $w_1$ ——粗磨或细磨土壤损失率，%；

$m_1$ ——粗磨或细磨后土壤样品质量，kg 或 g；

$m_2$ ——非土壤物质质量，kg 或 g；

$m_3$ ——土壤样品研磨前总质量，kg 或 g。

$m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$  的量纲一致， $m_1$  的单位是 g，则  $m_2$  和  $m_3$  的单位为 g。

一般粗磨土壤损失率应 $\leq 5\%$ ，细磨土壤样品损失率应 $\leq 7\%$ 。

### 8.2.5.2 样品过筛率

样品过筛率按公式（7）计算：

$$w_2 = \frac{m_4}{m_0} \times 100\% \quad (7)$$

式中： $w_2$ ——样品过筛率，%；

$m_4$ ——样品过筛质量，kg 或 g；

$m_0$ ——样品抽取质量，kg 或 g。

$m_4$  和  $m_0$  的量纲一致， $m_4$  的单位是 g，则  $m_0$  的单位为 g。

过筛率抽查时，应抽取约 10% 的样品过筛，过筛率应 $\geq 95\%$ 。

## 8.3 检测有机物的样品制备

挥发性有机物样品用新鲜样品按分析方法要求进行样品前处理，半挥发性和难挥发性有机物样品按分析方法要求采用新鲜样品或干燥后的样品进行分析。半挥发性和难挥发性有机物样品干样可采用无水硫酸钠/硅藻土脱水干燥或冷冻干燥设备进行制备；在不影响分析目的时，也可采用自然风干。干燥后的样品，根据分析方法研磨至指定粒径。研磨混匀后的样品，装入棕色玻璃瓶中，填写并粘贴样品标签。

## 8.4 制样记录和标签

制样记录和标签填写应满足以下要求：

- 制样过程中，应保持采样时的土壤标签清晰且始终与土壤样品放置同处，防止混淆。
- 制备后的样品流转前，应在样品容器外再加套一层样品袋（布袋或聚乙烯袋），以免样品容器在转运过程中破损。样品容器和外层样品袋上均应有土壤标签。
- 应及时填写样品制备原始记录表，记录干燥时长和环境条件、过筛前后的土壤样品重量、分装重量和弃去杂质的重量。样品制备原始记录应归档保存。

## 8.5 制样质量保证和质量控制

制样过程中应采取有效措施，保证样品制样质量。

- a) 土壤干燥过程中应将疑似污染程度不同的土壤分隔开，防止交叉污染。
- b) 检测重金属项目的样品应使用尼龙筛，在机械研磨中应避免使用金属磨具。
- c) 长期使用的土壤筛，根据磨损情况，应定期予以更换。
- d) 注意保持样品制样场所地面、墙壁及室内环境的清洁，以免尘土污染样品。
- e) 制样全过程应配有视频监控，通过现场检查或远程视频监控等方式对制样过程进行质量监督。

## 9 样品流转

### 9.1 样品运输

样品运输过程应满足以下要求：

- a) 土壤样品应分类装箱，同一采样点或同类样品应尽量装在同一箱内。
- b) 装箱前，样品应逐件与样品交接记录表、样品标签和工作记录等进行核对，避免样品遗漏；检查样品容器完好性和密封性，标签应清晰准确；样品的运输目的地、保存条件和运输时限应明确。
- c) 样品包装箱外部粘贴关键信息标签，包括样品编号、保存方式和保存时限等，必要时外包装箱上应粘贴“切勿倒置”等明显标志。易碎样品运输过程中应采取泡沫塑料、波纹纸板垫底或间隔防震等措施；对光敏感的样品应有避光外包装；检测有机物的样品应全程保存于专用冷藏箱，4℃以下避光冷藏。
- d) 土壤样品运输应由专人负责，运输前及时填写土壤样品运输记录，明确交接地点和接样人员，并核对样品质量、数量、运输条件和送达时限等信息，相关人员签字确认；样品运输过程中应严防样品的损失、混淆和沾污，避免日光照射，气温偏高或偏低时还应采取控温措施；样品应在送达时限内尽快运抵接收地，最大程度地避免样品物理、化学和生物性质的改变。
- e) 土壤样品运输记录表应至少包括运输目的地、运输起止时间、运输车（船）号牌、样品箱号、样品数量、每箱样品编号清单、运输保存方式、有无措施防止沾污和破损、交运人及运输负责人等信息。

### 9.2 样品接收

土壤样品送达指定地点后，接样人员根据样品交接记录表核对样品，检查样品数量、样品重量、包装完整性、标签完好性和清晰度、保存温度、送达时限和样品性状等。双方确认无误后，在样品交接单上签字且双方各存1份备查。

土壤样品包括采集到的样品、制备后的样品、实验室留存样品和样品库永久保存样品等，可利用手持终端等信息化设备记录各场所间样品流转信息，其操作要点和注意事项与人工样品流转方式相同。

### 9.3 样品流转质量保证和质量控制

样品流转质量保证和质量控制应满足以下要求：

- a) 应对样品运输和交接过程的规范性开展质量监督。
- b) 对样品交接记录表填写完整性进行抽查，必要时对已交接样品进行抽查。

## 10 样品保存

### 10.1 保存容器

根据检测项目对样品的要求，按材质、密封类型、尺寸和样品性质选择容器，避免容器对样品沾污或与样品发生反应，避免样品受到光照等影响样品性状或性质的干扰因素。一般采用聚乙烯袋和玻璃瓶盛装土壤样品，具体应满足以下要求：

- a) 检测理化特征和无机物的样品：一般装入纸袋或聚乙烯袋保存。
- b) 检测有机物的样品：装入棕色玻璃瓶保存，储存（保存）挥发性样品的容器应有密封措施，避免挥发性物质的损失。
- c) 样品库长期保存的样品：应注意容器的长期稳定性，建议采用棕色玻璃瓶密封保存。
- d) 需冷冻保存且含水量较高的样品：装入玻璃瓶时不要盛装过满，以免冷冻时玻璃瓶爆裂。

### 10.2 保存条件

样品保存应满足以下要求：

- a) 总体要求：样品应按样品种类、名称、编号和粒径分类保存，应满足与样品相适应的保存条件。
- b) 环境条件：一般保持室内干燥、通风良好且无直吹风和阳光直射，无酸、碱、尘和挥发性化学品等影响，严防潮湿霉变、虫蛀和鼠害。
- c) 温度条件：样品的保存温度及在不同温度下的最长保存时限可根据分析项目的相应分析测试标准确定或参见 GB/T 32722。
- d) 时限要求：待检测项目全部完成检测并报出数据经审核确认无误后，可按管理程序丢弃或转入长期保存；特殊、珍贵、仲裁或有争议的样品一般要永久保存。
- e) 样品库要求：样品库建设条件参见附录 B。

### 10.3 样品保存记录

应及时填写样品保存记录，包括样品来源、样品采集地点、接收时间、保存条件和取样量等信息。

### 10.4 样品保存质量保证和质量控制

样品保存质量保证和质量控制应满足以下要求：

- a) 对样品保存环节开展质量监督。
- b) 对样品保存条件、保存时间是否满足要求，样品标签是否脱落等情况进行抽查。

## 11 样品分析

### 11.1 分析方法选用

按照相关标准或技术规范要求,选择能满足监测工作需求和质量要求的分析方法实施监测活动。分析方法中所测项目的形态(重金属全量、可溶解态或总量等)应与监测目的一致。质量或评价标准中对分析方法有明确规定时,执行质量或评价标准,例如:GB 15618等。标准中无明确规定时,可按顺序采用国家标准和生态环境保护行业标准、其他行业标准、国际标准、国外标准、公认权威的分析方法或自建方法。

### 11.2 分析记录

分析记录符合HJ 630,内容应充分,使样品分析过程可复现,一般包括:实验条件(环境条件、仪器设备和试剂等)、分析结果、质量控制数据和合格性判定、计算公式、分析和核查及审核人员等。样品分析测试的原始记录应归档保存。

分析方法中对有效数字有规定的,按分析方法规定执行;无规定时,一般保留3位有效数字,含量较低的镉和汞等保留2位有效数字;分析结果的有效数字的位数不可超过方法检出限的最低位数;分析结果低于方法检出限时,应给出分析方法检出限。

平行样的测定结果用平均值表示,一组测定数据经格拉布斯(Grubbs)检验法或狄克逊(Dixon)检验法检验剔除离群值后取平均值。确定因操作失误所造成的数据应剔除,并保留原始记录,以备核查。

### 11.3 样品分析过程质量保证和质量控制

#### 11.3.1 质量控制措施

质量控制措施应与质量控制目标相适应。实验室质量控制措施包括平行样分析、明码样分析、密码样(也称盲样)分析、比对测试、加标回收试验、标准样品分析等。标准样品应与待测样品种类、基质和含量水平相近或相当。

依据质量控制结果的统计方式,实验室质量控制的实施方式可分为批次质控和总量质控,一般以相对偏差、相对误差或加标回收率为判断标准,具体应满足以下要求:

- a) 批次质控:每批次样品分析完成后,对本批次样品的质量控制结果进行统计和合格性判定;若达到合格性判定标准则认定本批次样品均合格;若未达到合格性判断标准,则表明本批次样品分析结果存疑,应查找原因,重新进行样品分析,直至合格;根据质量要求,按批次计算合格率。
- b) 总量质控:一次监测任务的全部样品分析完成后,对全部质量控制结果进行统计和合格性判定;若合格率达到质量要求,则认定本次监测任务的所有样品均合格;若合格率未达到质量要求,应查找原因,对可疑数据进行复测,直至合格率满足要求。

#### 11.3.2 精密度控制

精密度控制常用方法包括平行样测定(包括现场平行样、实验室平行样及任何环节的分样)和比对测试(包括不同人员、仪器、试剂、方法和时间等因素或实验室之间的比对)等。

精密度质量控制样品种类包括实际样品、标准样品和特定质量控制样品等，优先采用实际样品进行精密度控制。

样品分析过程中，须进行内部精密度质量控制，兼顾样品来源、种类和检测项目。分析方法中有精密度质量控制要求时，按照分析方法执行；分析方法中没有明确要求时，精密度质量控制比例一般为：当批次样品数 $\geq 20$ 个时，随机抽取不少于5%的样品；当批次样品数 $< 20$ 个时，至少随机抽取1个样品；质量控制比例也可根据数据质控要求而调整。相对偏差的允许范围参见表1、表2和表3，分析方法中有规定的，按相关要求执行。

比对或平行双样测定结果的相对偏差按公式（8）计算：

$$RD = \frac{|x_A - x_B|}{x_A + x_B} \times 100\% \quad (8)$$

式中：RD——相对偏差，%；

$x_A$ ——比对或平行双样中 A 样品的测定值；

$x_B$ ——比对或平行双样中 B 样品的测定值。

$x_A$  和  $x_B$  的量纲一致， $x_A$  的单位是 mg/kg，则  $x_B$  的单位为 mg/kg。

### 11.3.3 正确度控制

正确度控制常用方法包括标准样品分析、特定质量控制样品分析和加标回收试验。有标准样品的检测项目应采用标准样品进行正确度控制。检测有机物项目时一般选用加标回收试验的方法。加标回收试验包括空白加标、实际样品加标、标准样品加标和特定质控样品加标等，加标物包括目标物加标和替代物加标。

样品分析过程中，应进行内部正确度质量控制，兼顾每个检测项目。分析方法中有正确度质量控制要求时，按照分析方法执行；分析方法中没有明确要求时，正确度质量控制比例一般为：当批次样品数 $\geq 20$ 个时，插入不少于5%的正确度控制样品；当批次样品数 $< 20$ 个时，至少插入1个正确度控制样品；质量控制比例也可根据数据质量要求而调整。

采用标准样品或特定质量控制样品进行正确度控制时，可参考其定值结果进行合格性判定，也可参考表 1 和表 2 结果进行合格性判定。

相对误差按公式（9）计算：

$$RE = \frac{|x_i - \mu|}{\mu} \times 100\% \quad (9)$$

式中：RE——相对误差，%；

$x_i$ ——检测项目  $i$  的测定值；

$\mu$ ——检测项目  $i$  的给定参考浓度（含量）或加标量。

$x_i$  和  $\mu$  的量纲一致， $x_i$  的单位是 mg/kg，则  $\mu$  的单位为 mg/kg。

加标回收试验中，应在样品前处理之前加标，加标样品与分析测试样品使用的前处理方法和分析条件应一致。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 2.0~3.0 倍，未检出时加标浓度应符合 HJ 168 相关规定；加标后被测组分的总量不得超出分析方法的测定上限。加标液浓度宜高，加标后样品体积应无显著变化。



加标回收率合格性判定可参考表 2 和表 3 的允许值,分析方法有规定的可按相关要求执行。

加标回收率按公式 (10) 计算:

$$P = \frac{y_i - x_i}{\mu} \times 100\% \quad (10)$$

式中:  $P$ ——加标回收率, %;

$y_i$ ——加标样品检测项目  $i$  的测定值;

$x_i$ ——检测项目  $i$  的测定值;

$\mu$ ——检测项目  $i$  的给定参考浓度(含量)或加标量。

$y_i$ 、 $x_i$  和  $\mu$  的量纲一致,  $y_i$  的单位是 g, 则  $x_i$  和  $\mu$  的单位为 g。

表 1 土壤样品理化特征分析测试精密度和正确度允许值表

项目	样品含量范围	精密度		正确度	适用方法
		绝对偏差	相对偏差	相对误差	
pH	0~14	≤0.3 pH	—	—	电位法
有机质	<10 g/kg	≤0.5 g/kg	—	—	滴定法
	10 g/kg~40 g/kg	≤1.0 g/kg			
	40 g/kg~70 g/kg	≤3.0 g/kg			
	>70 g/kg	≤5.0 g/kg			
阳离子交换量	>30 cmol (+) /kg	<1.5 cmol (+) /kg	3%	±10%	滴定法
	10 cmol (+) /kg	0.5 cmol (+) /kg	5%		
	~30 cmol (+) /kg	~1.5 cmol (+) /kg	10%		分光光度法
	<10 cmol (+) /kg	≤0.5 cmol (+) /kg			

表 2 土壤样品无机项目分析测试精密度和正确度允许值表

项目 (全量)	样品含量范围 (mg/kg)	精密度		正确度		适用方法
		实验室内相对 偏差 (%)	实验室间相对 偏差 (%)	加标回收率 (%)	相对误差 (%)	
镉	<0.1	35	40	75~110	±40	GFAAS <sup>a</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup>
	0.1~0.4	30	35	85~110	±35	
	>0.4	25	30	90~105	±30	
汞	<0.1	35	40	75~110	±40	CAAS <sup>c</sup> 、AFS <sup>d</sup>
	0.1~0.4	30	35	85~110	±35	
	>0.4	25	30	90~105	±30	
砷	<10	15	20	90~105	±30	AFS <sup>d</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、 XRF <sup>e</sup>
	10~20	10	15	90~105	±20	
	>20	5	10	90~105	±15	
铜	<20	20	25	90~105	±25	AAS <sup>f</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、 XRF <sup>e</sup> 、ICP-AES <sup>g</sup>
	20~30	15	20	90~105	±20	
	>30	10	15	90~105	±15	
铅	<20	25	30	85~110	±30	GFAAS <sup>a</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、 XRF <sup>e</sup> 、ICP-AES <sup>g</sup>
	20~40	20	25	85~110	±25	
	>40	15	20	90~105	±20	
铬	<50	20	25	85~110	±25	AAS <sup>f</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、

项目 (全量)	样品含量范围 (mg/kg)	精密度		正确度		适用方法
		实验室内相对 偏差 (%)	实验室间相对 偏差 (%)	加标回收率 (%)	相对误差 (%)	
	50~90	15	20	85~110	±20	XRF <sup>e</sup>
	>90	10	15	90~105	±15	
锌	<50	20	25	85~110	±25	AAS <sup>f</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、 XRF <sup>e</sup> 、ICP-AES <sup>g</sup>
	50~90	15	20	85~110	±20	
	>90	10	15	90~105	±15	
镍	<20	15	20	85~110	±25	AAS <sup>f</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、 XRF <sup>e</sup> 、ICP-AES <sup>g</sup>
	20~40	10	15	85~110	±20	
	>40	5	10	90~105	±15	

<sup>a</sup> 石墨炉原子吸收光谱法；  
<sup>b</sup> 电感耦合等离子体质谱法；  
<sup>c</sup> 冷原子吸收光谱法；  
<sup>d</sup> 原子荧光光谱法；  
<sup>e</sup> X 射线荧光光谱法；  
<sup>f</sup> 火焰原子吸收光谱法；  
<sup>g</sup> 电感耦合等离子体发射光谱法。

表 3 土壤样品其他项目分析测试精密度和正确度允许值表

项目	含量范围	精密度	正确度	适用方法
		相对偏差 (%)	加标回收率 (%)	
无机元素	≤10 倍检出限	30	80~120	AAS <sup>a</sup> 、ICP-MS <sup>b</sup> 、XRF <sup>c</sup> 、 ICP-AES <sup>d</sup>
	>10 倍检出限	20	90~110	
挥发性有机物	≤10 倍检出限	50	70~130	GC <sup>e</sup> 、GC-MS <sup>f</sup>
	>10 倍检出限	25		
半挥发性有机物	≤10 倍检出限	50	60~140	HPLC <sup>g</sup> 、GC <sup>e</sup> 、GC-MS <sup>f</sup>
	>10 倍检出限	30		
难挥发性有机物	≤10 倍检出限	50	60~140	GC-MS <sup>f</sup>
	>10 倍检出限	30		

<sup>a</sup> 火焰原子吸收光谱法；  
<sup>b</sup> 电感耦合等离子体质谱法；  
<sup>c</sup> X 射线荧光光谱法；  
<sup>d</sup> 电感耦合等离子体发射光谱法；  
<sup>e</sup> 气相色谱法；  
<sup>f</sup> 气相色谱-质谱法；  
<sup>g</sup> 高效液相色谱法。

注：低于表 1~表 3 中给出含量范围下限时，特别是低于给出下限一个数量级，可以适当放宽精密度和正确度允许值。当高于表 1~表 3 中给出含量范围上限时，特别是高于给出上限一个数量级，应当从严。

#### 11.3.4 质量控制图

采用正确度控制样品多次分析的平均值 ( $\bar{x}$ ) 与标准偏差 ( $S$ )，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，绘制正确度控制图。

每批样品正确度控制样品的分析结果落在中心线附近、上下警告线之内，则表示分析正

常，该批样品分析结果可靠；如果分析结果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；如果分析结果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，纠正后重新分析。相关内容参照 GB/T 17989.2。

## 12 质量保证和质量控制

为保证土壤环境监测数据的代表性、准确性、精密性、可比性和完整性，开展监测前应确立质量目标（包括质量保证和质量控制）、制定工作计划、明确实施方式和管理措施、确定质量评价标准。监测机构的内部质量管理应覆盖影响监测质量的各项要素和整个监测过程；外部质量管理可以覆盖全过程，也可以是对重点环节和内容的抽查。依据不同的质量管理目标，应采取不同的质量管理措施，一项监测任务中应采取多种质量管理措施。

布点、采样、制备、流转、保存和样品分析过程的质量保证和质量控制要求分别见 6.8、7.5、8.5、9.3、10.4 和 11.4 相关内容。

附录 A  
(资料性附录)  
t 分布表

t 分布表见表 A.1。

表 A.1 t 分布表

df	置信度 (%) : 1- $\alpha$ /双尾							
	20	40	60	80	90	95	98	99
	置信度 (%) : 1- $\alpha$ /单尾							
	60	70	80	90	95	97.5	99	99.5
1	0.325	0.727	1.376	3.078	6.314	12.706	31.821	63.657
2	0.289	0.617	1.061	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925
3	0.277	0.584	0.978	1.638	2.353	3.182	4.541	5.641
4	0.271	0.569	0.941	1.533	2.132	2.776	3.747	4.064
5	0.267	0.559	0.920	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032
6	0.265	0.553	0.906	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707
7	0.263	0.549	0.896	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499
8	0.262	0.546	0.889	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355
9	0.261	0.543	0.883	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250
10	0.260	0.542	0.879	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169
11	0.260	0.540	0.876	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106
12	0.259	0.539	0.873	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055
13	0.258	0.538	0.870	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012
14	0.258	0.537	0.868	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977
15	0.258	0.536	0.866	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947
16	0.258	0.535	0.865	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921
17	0.257	0.534	0.863	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898
18	0.257	0.534	0.862	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878
19	0.257	0.533	0.861	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861
20	0.257	0.533	0.860	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845
21	0.257	0.532	0.859	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831
22	0.256	0.532	0.858	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819
23	0.256	0.532	0.858	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807
24	0.256	0.531	0.857	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797
25	0.256	0.531	0.856	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787
26	0.256	0.531	0.856	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779
27	0.256	0.531	0.855	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771
28	0.256	0.530	0.855	1.313	1.701	2.045	2.467	2.763
29	0.256	0.530	0.854	1.311	1.699	2.042	2.462	2.756
30	0.256	0.530	0.854	1.310	1.697	2.021	2.457	2.750
40	0.255	0.529	0.851	1.303	1.684	2.000	2.423	2.704
60	0.254	0.527	0.848	1.296	1.671	1.980	2.390	2.660
120	0.254	0.526	0.845	1.289	1.658	1.960	2.358	2.617
$\infty$	0.253	0.524	0.842	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576

## 附录 B

### (资料性附录)

#### 土壤样品库的建设和管理

##### B.1 样品库建设要求

土壤样品库主要功能为样品保存，并对土壤样品信息及其存储位置信息规范管理。

土壤样品库建设和管理以安全、准确、便捷为基本原则，其中安全包括样品性质安全、样品信息安全和设备运行安全；准确包括样品信息准确、样品存取位置准确和技术支持（人为操作）准确；便捷包括工作流程便捷、系统操作便捷和信息交流便捷。

##### B.1.1 土壤样品库房结构基本要求

土壤样品库房结构一般包括土壤样品处理室、土壤样品陈列室、监控和配电室等，其中样品陈列室要求房间开阔，便于管理，避免阳光直射样品，朝阳面可设走廊。样品库地面（楼板）承重力一般在  $600 \text{ kg/m}^2$  以上，最好设在一层或地下室。样品处理工作间一般大于  $30 \text{ m}^2$ ，样品存储陈列间一般大于  $50 \text{ m}^2$ 。

##### B.1.2 土壤样品库室内环境基本要求

土壤样品库库房环境要保持干燥、通风、无阳光直射、无污染；具备防霉变、防鼠害等设施。

##### B.1.3 土壤样品库基本设施设备构成

土壤样品库设备通常包括样品架（或等效设备）、冷藏设备、称重天平、视频监控设备、通风设备和温控设备等构成。

##### B.2 样品库安全管理要求

B.2.1 应建立土壤样品库管理制度，对安全、环境条件、设备运作及样品出入库等实施管理，应在明显位置张贴安全警示标志和必要的管理制度。

B.2.2 应满足土壤样品长期保管基本条件，建立安全责任制，指定安全负责人，定期对土壤样品保管状况、设备性能进行检查并做记录，每季度至少进行一次全面检查。

B.2.3 库房相对湿度要小于 70%，温度控制在  $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ 。应配备温湿度计，工作人员应定期监控温湿度并记录；发现不符合要求时必须及时采取措施进行调控。

B.2.4 定期启动库房内电脑和全自动智能样品架（若有全自动功能）等设备，确保其正常运行，发现问题及时处理。

B.2.5 应确保防盗、防潮、防晒、防霉、防鼠等安全措施完好，长期离开时，应切断电脑及电动样品架等不使用电源。有条件的应该安装电子监控设备，实施实时监控。

B.2.6 应备有灭火器，库房内不得存放易燃易爆及易污染环境的化学品，严禁烟火，保持库房清洁卫生。土壤样品库房系机要重地，闲人免进。

B.2.7 针对自然灾害、火灾等情况编制应急预案。

### B.3 样品库使用管理要求

B.3.1 应建立样品信息和出入库管理制度，并制订样品交接记录和出入库登记表。

B.3.2 土壤样品信息一般包括土壤样品信息资料（应与样品采集现场原始资料信息一致）和样品存储位置等，有条件时，可以包括监测数据、统计分析结果及图表和技术报告文档等。

B.3.3 土壤样品出入库时，需由土壤样品管理人员与送取样人员办理土壤样品交接手续，清点样品数量，检查样品质量及样品相关信息，并分别在土壤样品交接单和出入库登记表上签字。

