

ICS 13.080
CCS Z 10

DB23

黑 龙 江 省 地 方 标 准

DB23/T XXXX—XXXX

建设用地土壤挥发性有机物监测质量
保证和质量控制技术规范

(征求意见稿)

起草单位：黑龙江省生态环境监测中心

联系人：马玉坤

电话：15945079468

邮箱：316901771@qq.com

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

黑龙江省市场监督管理局

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由黑龙江省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：黑龙江省生态环境监测中心

本文件主要起草人：马玉坤、陈威、刘蕊、李博、韩继珍、李慧、王晓燕、伊恩壮、王国梁、马倩、王鹏杰、崔泽虎、苏晓慧、姜鹏、顾平。

建设用地土壤挥发性有机物监测质量保证和质量控制技术规范

1 范围

本文件规定了建设用地土壤挥发性有机物监测中的术语和定义、人员、仪器与设备、土壤采样、实验室分析、质量监督等质量保证与质量控制技术要求。

本文件适用于建设用地土壤调查监测过程中土壤挥发性有机物的监测质量控制。其他土壤挥发性有机物项目的监测质量控制可参照本文件执行。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 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
- HJ/T 166 土壤环境监测技术规范
- HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则
- HJ 605-2011 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
- HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法
- HJ 630 环境监测质量管理技术导则
- HJ 642-2013 土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法
- HJ 735-2015 土壤和沉积物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法
- HJ 736-2015 土壤和沉积物 挥发性卤代烃的测定 顶空/气相色谱-质谱法
- HJ 741-2015 土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱法
- HJ 742-2015 土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空/气相色谱法
- 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）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

建设用地

指建造建筑物、构筑物的土地，包括城乡住宅和公共设施用地、工矿用地、交通水利建设用地、旅游用地、军事建设用地等。

[来源：GB 36600-2018，3.1]

3.2

挥发性有机物

沸点低于或等于260℃，或在20℃和1个大气压下饱和蒸气压超过133.322Pa的有机化合物。

[来源：HJ 1019-2019, 3.2]

3.3

基体加标

在样品中添加已知量的待测目标物，用于评价目标物的回收率和样品的基体效应。

[来源：HJ 605-2011, 3.3]

3.4

替代物

在样品中不含有，但其物理化学性质与待测目标物相似的物质。一般在样品提取或其他前处理之前加入，通过回收率可以评价样品基体、样品处理过程对分析结果的影响。

[来源：HJ 605-2011, 3.2]

4 人员

4.1 现场采样人员

现场采样人员应经过技术培训并通过能力确认，能够正确使用采样工具，掌握采样质量要求，了解布点原则，清楚土壤样品的采样深度、采样方式、样品重量、样品标签填写规则和样品保存条件等。

4.2 实验室分析人员

应经过技术培训并通过能力确认，掌握监测技术，能正确处理和判断监测结果。大型仪器设备管理员/使用人应熟悉仪器设备原理、构造、性能、用途、使用方法和管理要求，并有任命文件。

4.3 报告审核人员

应具备相关专业背景或教育培训经历，熟悉相关法律法规、标准及技术规范，具备对监测结果符合性判定的能力，具备中级及以上专业技术职称或同等能力，且具有从事生态环境监测相关工作5年以上经历。

4.4 报告授权签字人

报告授权签字人应掌握监测的相关专业知识，熟悉相关法律法规、标准及技术规范，熟悉报告审核签发程序，具备对监测结果做出评价的判断能力，具有相适应的相关专业背景或教育培训经历，具备中级及以上专业技术职称或同等能力，且具有从事生态环境监测相关工作3年以上经历。

5 仪器与设备

5.1 采样设备

5.1.1 采样工具

根据采样点地块结构选择有效工具，避免使用造成土壤扰动、发热的设备。不应采用空气钻探法和回转钻探法。钻孔使用套管之间的螺纹连接处不应使用润滑油。

5.1.2 采样瓶

棕色密封样品瓶（广口磨口棕色玻璃瓶或带聚四氟乙烯密封垫的螺口棕色玻璃瓶）。

5.1.3 车载便携式冷藏箱

能长时间持续保持样品温度低于 4° C 以下，建议内置经计量检定或校准合格的温度计。

5.2 现场监测仪器

根据目标化合物和现场条件，按照 HJ1019 及相关标准的要求选择便携式有机物快速测定仪对土壤中挥发性有机物进行初步检测筛查。使用前、维修后恢复使用前按照设备说明书和设计要求的校准或核查仪器。两次检定或校准间隔内进行期间核查。

5.3 实验室检测设备

5.3.1 对检验检测结果有显著影响的设备，包括辅助测量设备应制定检定或校准计划，确保检验检测结果的计量溯源性。

5.3.2 设备在投入使用前，应采用核查、检定或校准等方式，确认其是否满足检验检测标准或技术规范。检验检测机构在设备定期核查、检定或校准后应进行确认。

5.3.3 大型仪器应授权专人管理和操作规程，定期维护保养，做好仪器与设备使用和维护记录，保证仪器与设备处于良好状态。

6 样品采集

6.1 采样计划

开展现场测试或采样时，应根据任务要求制定监测方案或采样计划，明确监测点位、监测项目、监测方法、监测频次、采样人员和分工、采样设备和器具、安全保障、采样过程的质量保证和质量控制措施等内容。点位的布设应具有代表性，能够真实的反映地块状况。符合 HJ25.1、HJ25.2 及相关标准的要求。

6.2 现场采样

6.2.1 土壤表层采样应注意尽可能做到取样量上下一致，不要斜向切割。

6.2.2 土壤分层采样可使用取土钻采集样品，但采样过程应防止上下层交叉污染。

6.2.3 土壤剖面采样时应自下而上在各层最典型的中部逐层采集。用小铲切取一片土壤样，每个采样点的取土深度和取样量应一致。

6.2.4 土壤样品采集过程中应尽量减少对样品的扰动，禁止对样品进行均质化处理，采集单独样品，不采集混合样。同一调查区域应采用相同的样品采集方法。

6.2.5 采样应在无雨雪大风天气下进行，防止恶劣天气对样品造成影响。

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

6.2.7 现场测试和采样应至少有 2 名监测人员在场。

6.2.8 可使用地理信息定位、照相或录音录像等辅助手段，保证现场测试或采样过程客观、真实和可追溯。

6.3 样品筛查

按照HJ605、HJ1019及相关规定执行。

6.4 样品管理

6.4.1 样品包装

装满土壤样品的棕色密封样品玻璃瓶应单独密封在自封袋（聚乙烯材质）中，避免交叉污染。

6.4.2 样品标签

标签上应含有：样品编号、分析项目、采样人员和采样日期等必要信息。条件允许时，建议机打，避免手写。样品在制备、前处理和分析过程中注意保持样品标识的可追溯性。

6.4.3 样品保存和流转

制订样品流转计划，土壤样品流转计划应包含：样品份数、样品质量、样品状态、分析项目、交接人员、交接时间和地点等；明确是否拆分平行样品和插入质控样品等内容。

土壤样品的保存和流转执行 HJ 25.1、HJ 25.2 和 HJ/T 166 的相关规定，样品保存时间执行相关土壤环境监测分析方法标准的规定。样品应依据各实验室分析监测方法的要求保存。保存期限一般不超过 7 天，分析方法有规定时，按分析方法执行。样品存放区域应无有机物干扰。

6.4.4 样品交接

实验室接受样品时，应对样品的时效性、完整性和保存条件进行检查和记录，对不符合要求的样品可以拒收，或明确告知客户有关样品偏离情况，并在报告中注明。土壤样品应分区存放，并有明显标识，以免混淆和交叉污染。

7 实验室分析

7.1 设施和环境条件

实验区域应合理分区，将不相容的区域进行有效隔离。避免环境或交叉污染对监测结果产生影响。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。

7.2 分析方法

初次使用标准方法前，应进行方法验证。包括对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、准确度、精密度）等内容进行验证，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。方法验证执行HJ 168的规定。方法验证的过程及结果应形成报告，并附全过程原始记录，保证过程可追溯。及时跟踪方法的变化，并重新进行验证，必要时制定作业指导书。

7.3 样品制备

土壤有机污染物测试项目需采用新鲜土壤样品分析测试，应按相应分析方法的要求进行样品制备。

7.4 标准物质、试剂和材料

7.4.1 实验室使用的标准物质应尽可能溯源到国际单位制（SI）单位或有证标准物质。应有标准物质的管理程序，对其购置、核查、使用、运输、储存和安全处置等进行规定。

7.4.2 标准物质应与样品同步测定，进行质量控制时，标准物质不应与绘制校准曲线的标准溶液来源相同。

7.4.3 试剂和材料使用前需通过实验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

7.5 实验室质量控制

7.5.1 实验室内质量控制与评价

7.5.1.1 空白试验

每批次样品分析测试时，均应在与测试样品相同的前处理和分析条件下进行空白试验（包括实验室空白、运输空白、全程序空白等）。空白试验的方法和空白样品数应执行分析测试方法中的相关规定；分析测试方法中无规定时，每批次样品至少应分析测试2个空白样品。

空白试验中各目标化合物的测定结果一般应低于方法检出限。若空白试验结果低于方法检出限，可忽略不计；若空白试验结果高于方法检出限，低于检测下限且比较稳定，可进行多次重复试验，计算平均值并从样品测定结果中扣除；若空白测定结果高于检测下限，应查找原因并重新测定。

7.5.1.2 校准曲线检查

校准曲线应使用至少包括5个浓度梯度的标准系列（不含空白），覆盖测试项目浓度范围，曲线最低点应接近分析测试方法测定下限。校准曲线应为一次曲线，相关系数 $r \geq 0.999$ 。分析测试方法有规定的，按照分析测试方法的规定执行。

7.5.1.3 精密度控制

每批次样品中，每个测试项目均需进行平行双样分析。分析测试方法中有规定的，按照分析测试方法的规定执行。分析测试方法中无规定的，当批次样品数 ≥ 20 个时，应随机抽取不少于5%的样品进行平行双样分析；当批次样品数 < 20 个时，应至少随机抽取1个样品进行平行双样分析。

平行双样的精密度以相对偏差表示，当测定结果 ≤ 10 倍检出限时，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 50\%$ ，当测定结果大于10倍检出限时，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

7.5.1.4 准确度控制

7.5.1.4.1 土壤有证标准样品

应在每批次样品中同步插入至少1个有证标准样品进行分析测试。插入样品应与被测样品污染物含量水平相当、基质尽量相近。分析测试方法有规定的，按照分析测试方法的规定执行。

7.5.1.4.2 加标回收率

无土壤有证标准样品时，应采用基体加标试验对准确度进行控制。每20个样品或每批次（少于20个样品/批次）需做1个基体加标样品。按所选择的分析测试方法要求进行目标化合物或替代物加标试验。分析测试方法有规定的，按照分析测试方法的规定执行。

基体加标试验应在样品前处理前开始,加标样品与测试样品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倍,含量低的可加2~3倍,加标后被测组分的总量不得超出分析方法的测定上限,加标后样品体积应无显著变化。基体加标试验测试结果以基体加标回收率表示,各个分析方法按照参考附录A表A.1的允许值范围判定是否合格。

7.5.1.4.3 准确度控制图

必要时,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。

7.5.2 实验室间质量控制与评价

7.5.2.1 密码样测试

7.5.2.1.1 密码质控样

使用土壤有证标准样品/标准物质作为外部密码质控样,或在随机选取的常规样品中加入适量的土壤有证标准样品/标准物质制成密码加标质控样。

密码质控样测试结果在给定的不确定度范围内,说明该批次样品测定结果受控,密码加标质控样测试结果以加标回收率表示,按照参考附录A表A.1的允许值范围判定是否合格。

7.5.2.1.2 密码平行样

从待测试土壤样品中任意选取一定比例的样品(例如10%~30%)作为密码平行样,按照一定的质量控制规则进行分样并重新编码。密码平行样测试结果的精密度以相对偏差表示,按照参考附录A表A.1的允许值范围判定是否合格。

7.5.2.2 实验室间比对测试

可采用能力验证、比对测试或质量控制考核等方式进行实验时间比对,证明各实验时间的监测数据的可比性。

7.5.2.3 留样复测

从已完成测试、在有效期内保存且待测目标化合物相对稳定的土壤样品中,任意选取一定数量或比例的样品进行复测,与原测定结果进行比较。留样复测应基于相同的分析测试方法和仪器设备。留样复测结果的精密度以相对偏差表示,按照参考附录A表A.1的允许值范围判定是否合格。

7.6 监测结果、记录与报告

7.6.1 应保证监测数据的完整性,确保科学、客观地反映分析测试结果,不得选择性地舍弃数据或人为干预监测和评价结果。

7.6.2 由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,保证可追溯和可读取,防止记录丢失、失效或篡改。

7.6.3 监测人员应对原始数据和报告数据进行校核。对发现的可疑数据或报告,应对照原始记录进行校核。

7.6.4 原始记录上,应有监测人员和审核人员的手写签名。监测人员填写原始记录。审核人员应检查结果和记录是否完整、抄写或录入计算机时是否有误、数据是否异常等,并对记录和数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核。

7.6.5 分析测试结果应按照分析测试方法规定的有效数字和法定计量单位表示，有效数字位数不得超过方法检出限的保留位数。分析测试结果低于方法检出限时，用“ND”表示，同时给出本实验室的方法检出限值。

7.6.6 监测数据和监测报告应实行三级审核制度。

8 质量监督

8.1 质量监督计划

每项监测任务均应根据需求制订质量监督计划，也可根据任务特点开展不定期的质量监督。质量监督计划至少应包括质量监督范围和内容、质量监督组组成、质量监督对象、频次和时间安排、结果评价方法等。其中：

①质量监督范围和内容应涵盖土壤环境监测任务的各要素和各环节。

②确定质量监督组人选，根据质量监督人员的专业方向和特长，确定检查内容。

③明确被监督的对象。

④质量监督计划应是连续的或一定频次的（定期或不定期），对重点监督内容可采用连续的监督，其他可选择一定频次的监督。质量监督计划应与监测任务周期和任务量相匹配，可随任务周期或任务量的变化而调整；多年度监测任务应有年度计划，保证质量监督活动的持续性。

⑤明确质量监督量化评价方法。

对于易出现错误或易忽视的监测环节，应加强质量监督，增加监督频次。质量监督的程度、性质和水平应考虑到监测人员的资格、经验、培训和技术知识以及所承担的监测任务。

8.2 质量监督结果

应明确质量监督的评价标准，质量监督结果应尽可能可量化评价，规范质量监督过程。质量监督组应及时全面记录质量监督过程，对监督结果进行整理、分析、评价和反馈。每项监督任务完成后，质量监督组应根据监督检查结果编写质量监督报告，内容应包括：监督任务由来、监督范围和内容、监督方式、内部质量监督体系和实施效果、监督发现的主要问题和整改过程、监督结果的评价、改进建议和不符合工作处理及跟踪验证情况等。

质量监督活动中形成的各类记录、评价结果和报告等材料应归档保存。

附录 A
(资料性)

主要检测分析方法测试精密度和准确度允许范围

各分析方法精密度及准确度允许范围参考表 A.1

表 A.1 主要检测分析方法测试精密度和准确度允许范围

分析方法	精密度	准确度
	平行样品相对偏差 (%)	加标回收率 (%)
HJ 605-2011	RD≤25 (替代物)	70~130 (替代物)
HJ 642-2013	RD≤25 (替代物)	80~130 (替代物) 80~120 (空白加标目标物)
HJ 735-2015	≤10MDL, RD≤50	70~130 (样品目标物和替代物)
HJ 736-2015	>10MDL, RD≤20	
HJ 741-2015	RD≤25 (基体加标)	80~120 (实验室空白)
HJ 742-2015	RD≤20 (基体加标)	80~120 (实验室空白) 35.0~110 (基体加标样品)

注 1: MDL—最低检出限。

注 2: RD—相对偏差。

附录 B
(资料性)
现场质量监督记录表

监督对象		样品编号	
监督实施地点		监督实施时间	
监测项目	<input type="checkbox"/> 土壤_____		
采样 及 现场 监测 质量 监督 内容	<input type="checkbox"/> 1. 监测人员持证情况： <input type="checkbox"/> 2. 监测仪器设备情况（检定/校准、状态、校正等）： <input type="checkbox"/> 3. 监测场所和环境条件监控情况： <input type="checkbox"/> 4. 监测方法执行情况： <input type="checkbox"/> 5. 采样及现场监测情况 (1) 点位情况： (2) 采样过程： (3) 现场测试： (4) 质控措施： <input type="checkbox"/> 6. 样品保存、运输、交接与流转及其他 (1) 样品保存： (2) 样品运输： (3) 样品交接： (4) 样品流转： (5) 其他（如标签等）： <input type="checkbox"/> 7. 记录： <input type="checkbox"/> 8. 其他：		
监督结论			
纠正情况 及建议			

监督员：
