

ICS 13.080
CCS Z 10

DB23

黑 龙 江 省 地 方 标 准

DB23/T XXXX—XXXX

建设用地土壤重金属监测质量
保证和质量控制技术规范
(征求意见稿)

主要起草单位：黑龙江省生态环境监测中心

负责人：马玉坤

联系电话：15945079468

电子信箱：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：

本文件主要起草人：

建设用地土壤重金属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重金属监测中的人员、仪器与设备、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重金属监测质量保证和质量控制。

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 17378.5 海洋监测规范 第五部分 沉积物分析

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 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 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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 人员

4.1 现场采样人员

采集土壤重金属的现场采样人员应经过技术培训，统一采样中的关键技术和操作步骤。通过能力确认，掌握土壤重金属采样质量要求，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

实验室测定土壤重金属的分析人员应经过技术培训，通过能力确认，掌握土壤重金属前处理及检测技术，能正确处理和判断检测结果。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、使用和管理要求，并经授权使用。

5 仪器与设备

5.1 采样工具

现场采集土壤重金属的工具不宜使用金属材质，如无法避免使用金属材质，应与金属采样器接触部的土壤弃去，如用木铲或竹片去掉与铁铲接触面样品。

5.2 实验室仪器

5.2.1 对测定土壤重金属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。

5.2.2 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。

5.2.3 大型仪器应授权专人管理，明确操作规程，定期做好使用和维护记录，保证仪器设备状态。

6 采样

6.1 点位布设

土壤重金属点位的布设应具有代表性，能够真实的反映实际情况。布设点位均应逐一进行现场核查，对于不符合要求的点位应按布点原则重新调整。符合HJ 25.1、HJ 25.2、HJ 630及相关标准的要求。

6.2 现场采样

6.2.1 采集土壤重金属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。

6.2.2 用于重金属分析的样品，应与金属采样器接触部的土壤弃去。

6.2.3 采集土壤重金属平行样，应使用塑料托盘或木制托盘，对样品进行混拌分装。

6.2.4 采集土壤重金属混合样，应使用塑料托盘或木制托盘，将各点位等量样品进行混拌后，使用四分法得到混合样。当混合样品超量时，需混匀后反复按四分法弃取，最后留下所需的土壤样品量。

6.2.5 土壤重金属样品采样量不少于 500 克。

6.2.6 现场测试和采样应至少有 2 名监测人员在场。

6.2.7 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。

6.2.8 土壤重金属按照 HJ 25.2、HJ 630、HJ 1185 等相关规定执行。

6.3 样品管理

6.3.1 样品包装

土壤重金属样品应采用聚乙烯、玻璃材质盛装，避免使用含有待测组分或对测试有干扰的材料盛装保存。

6.3.2 样品标签

土壤重金属样品标签上应含有：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。以保证样品在运输、制备、前处理和分析过程中的可追溯性。

6.3.3 样品保存和流转

- a) 土壤重金属样品的保存和流转执行 GB/T 32722、HJ 25.1、HJ 25.2 和 HJ/T 166 的相关规定。
- b) 样品流转记录应包含：样品份数、样品重量、样品状态、检测项目、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。

6.3.4 样品交接

- a) 接受土壤重金属样品时，对样品的时效性、完整性和保存条件进行检查和记录。
- b) 对不符合要求的土壤重金属样品拒收，或明确告知有关样品偏离情况。
- c) 土壤重金属样品需分区存放，并有明显标识，避免混淆和交叉污染。

7 样品制备

7.1 风干

应设置专用土壤风干室，配备风干架；风干室应通风良好，整洁，无易挥发性化学物质，避免阳光直射土壤样品，注意防酸或碱等污染，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 制样

7.2.1 应设置专用土壤制样室，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。

7.2.2 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。

7.2.3 土壤重金属样品应采用逐级研磨、边磨边筛的研磨方式，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。

7.2.4 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。

7.2.5 为保持土壤样品的特性，粗磨过程不建议采用机械研磨手段。

8 实验室分析

8.1 设施和环境条件

8.1.1 实验区域应合理分区，将不相容的区域进行有效隔离。

8.1.2 避免环境或交叉污染对检测结果产生影响。

8.1.3 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。

8.2 分析方法

8.2.1 初次使用标准方法前，应进行方法验证。验证内容执行 HJ 168 的规定。

8.2.2 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 方法验证的过程及结果应形成报告，并附全过程原始记录及谱图。

8.2.4 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。

8.2.5 土壤重金属分析方法按照 GB 36600、HJ/T 166 等执行。

8.3 标准物质

8.3.1 土壤重金属使用的标准物质应溯源到国际单位制（SI）单位或有证标准物质。

8.3.2 土壤重金属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。

8.4 实验室质量控制

8.4.1 实验室内质量控制与评价

a) 空白试验

土壤重金属空白试验与测试样品前处理和分析条件相同下进行。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。分析方法有规定时，按规定执行。

b) 校准曲线

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）。曲线最低点应接近分析测试方法测定下限。其相关系数应 ≥ 0.999 。分析方法有规定时，按规定执行。

c) 精密度控制

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。

d) 准确度控制

1) 土壤有证标准样品

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。

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。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。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。

3) 准确度控制图

按照 HJ 630 相关规定执行。

8.4.2 实验室间质量控制与评价

按照 HJ 630 相关规定执行。

8.5 监测结果、记录与报告

8.5.1 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。

8.5.2 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。

8.5.3 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。

8.5.4 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。

8.5.5 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。

8.5.6 土壤重金属样品含水率测定按照 HJ 613、GB 17378.5 相关规定执行。分析方法有规定时，按规定执行。

8.5.7 监测数据和监测报告应实行三级审核制度。

9 质量监督

9.1 质量监督计划

质量监督计划至少应包括质量监督范围、内容、监督组组成、监督对象、监督频次和时间、结果评价方法等。质量监督范围和内容应涵盖检测各环节。

9.2 质量监督结果

质量监督结果应尽可能可量化评价，规范质量监督过程。明确质量监督的评价标准。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。