

ICS 65.020.01
B 10

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 395—2012
代替 NY/T 395—2000

农田土壤环境质量监测技术规范

Technical rules for monitoring of environmental quality of farmland soil

2012-06-06 发布

2012-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草(修订)单位:农业部环境保护科研监测所。

本标准主要起草(修订)人:刘凤枝、李玉浸、刘素云、徐亚平、蔡彦明、刘岩、战新华、刘传娟、王玲、王晓男。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——NY/T 395—2000。

农田土壤环境质量监测技术规范

1 范围

本标准规定了农田土壤环境监测的布点采样、分析方法、质控措施、数理统计、结果评价、成果表达与资料整编等技术内容。

本标准适用于农田土壤环境监测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6260 土壤中氧化稀土总量的测定 对马尿酸偶氮氯磷分光光度法
- GB 8170 数值修约规则
- GB 9836 土壤全钾测定法
- GB 12298 土壤有效硼的测定
- GB 13198 六种多环芳烃测定 高效液相色谱法
- GB/T 14550 土壤质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法
- GB/T 14552 水、土中有机磷农药测定的气相色谱法
- GB/T 15555.11 固体废弃物氯化物的测定 离子选择电极法
- GB/T 17134 土壤质量 总砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- GB/T 17135 土壤质量 总砷的测定 硼氢化钾—硝酸银分光光度法
- GB/T 17136 土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法
- GB/T 17137 土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17138 土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17139 土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17140 土壤质量 铅、镉的测定 KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17141 土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
- GB/T 22104 土壤质量 氯化物的测定 离子选择电极法
- GB/T 22105 土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光光谱法
- GB/T 23739 土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法
- NY/T 52 土壤水分测定法(原 GB 7172—1987)
- NY/T 53 土壤全氮测定法(半微量凯氏法)(原 GB 7173—1987)
- NY/T 85 土壤有机质测定法(原 GB 9834—1988)
- NY/T 88 土壤全磷测定法(原 GB 9837—1988)
- NY/T 148 石灰性土壤有效磷测定方法(原 GB 12297—1990)
- NY/T 296 土壤全量钙、镁、钠的测定
- NY/T 889 土壤速效钾和缓效钾含量的测定
- NY/T 890 土壤有效锌、锰、铁、铜含量的测定—二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法
- NY/T 1104 土壤中全硒的测定
- NY/T 1121.2 土壤检测 第2部分:土壤 pH 的测定
- NY/T 1121.3 土壤检测 第3部分:土壤机械组成的测定

- NY/T 1121.4 土壤检测 第4部分:土壤容重的测定
NY/T 1121.5 土壤检测 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
NY/T 1121.6 土壤检测 第6部分:土壤有机质的测定
NY/T 1121.7 土壤检测 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
NY/T 1121.9 土壤检测 第9部分:土壤有效钼的测定
NY/T 1121.10 土壤检测 第10部分:土壤总汞的测定
NY/T 1121.12 土壤检测 第12部分:土壤总铬的测定
NY/T 1121.13 土壤检测 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
NY/T 1121.14 土壤检测 第14部分:土壤有效硫的测定
NY/T 1121.16 土壤检测 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
NY/T 1121.17 土壤检测 第17部分:土壤氯离子含量的测定
NY/T 1121.18 土壤检测 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定
NY/T 1121.21 土壤检测 第21部分:土壤最大吸湿量的测定
NY/T 1377 土壤 pH 的测定
NY/T 1616 土壤中9种磺酰胺类除草剂残留量的测定 液相色谱—质谱法
HJ 491 土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
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
HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法
HJ 615 土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化—分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

农田土壤 farmland soil

用于种植各种粮食作物、蔬菜、水果、纤维和糖料作物、油料作物、花卉、药材、草料等作物的农业用地土壤。

3.2

区域土壤背景点 regional soil background site

在调查区域内或附近,相对未受污染,而母质、土壤类型及农作历史与调查区域土壤相似的土壤样点。

3.3

农田土壤监测点 soil monitoring site of farmland

人类活动产生的污染物进入土壤并累积到一定程度引起或怀疑引起土壤环境质量恶化的土壤样点。

3.4

农田土壤剖面样品 profile sample of farmland soil

按土壤发生学的主要特征把整个剖面划分成不同的层次,在各层中部位多点取样,等量混均后的A、B、C层或A、C等层的土壤样品。

3.5

农田土壤混合样 mixture sample of farmland soil

在耕作层采样点的周围采集若干点的耕层土壤、经均匀混合后的土壤样品,组成混合样的分点数要在5个~20个。

4 农田土壤环境质量监测采样技术

4.1 采样前现场调查与资料收集

4.1.1 区域自然环境特征

水文、气象、地形地貌、植被、自然灾害等。

4.1.2 农业生产土地利用状况

农作物种类、布局、面积、产量、耕作制度等。

4.1.3 区域土壤地力状况

成土母质、土壤类型、层次特点、质地、pH、阳离子交换量、盐基饱和度、土壤肥力等。

4.1.4 土壤环境污染状况

工业污染源种类及分布、主要污染物种类及排放途径、排放量、农灌水污染状况、大气污染状况、农业固体废弃物投入、农业化学物质使用情况、土壤污染状况、农产品污染状况等。

4.1.5 土壤生态环境状况

水土流失现状、土壤侵蚀类型、分布面积、侵蚀模数、沼泽化、潜育化、盐渍化、酸化等。

4.1.6 土壤环境背景资料

区域土壤元素背景值、农业土壤元素背景值、农产品中污染元素背景值。

4.1.7 其他相关资料和图件

土地利用总体规划、农业资源调查规划、行政区划图、土壤类型图、土壤环境质量图、交通图、地质图、水系图等。

4.2 监测单元的划分

农田土壤监测单元按土壤接纳污染物的途径划分为基本单元，结合参考土壤类型、农作物种类、耕作制度、商品生产基地、保护区类别、行政区划等要素，由当地农业环境监测部门根据实际情况进行划定。同一单元的差别应尽可能缩小。

4.2.1 大气污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于大气污染沉降物。

4.2.2 灌溉水污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于农灌用水。

4.2.3 固体废弃物堆污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于集中堆放的固体废弃物。

4.2.4 农用固体废弃物污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于农用固体废弃物。

4.2.5 农用化学物质污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于农药、化肥、农膜、生长素等农用化学物质。

4.2.6 综合污染型土壤监测单元

土壤中的污染物主要来源于上述两种或两种以上途径。

4.3 监测点的布设

4.3.1 布点原则与方法

4.3.1.1 区域土壤背景点布点原则与方法

- a) 以获取区域土壤背景值为目的的布点，坚持“哪里不污染在哪里布点的原则”。实际工作中，一般在调查区域内或附近，找寻没有受到人为污染或相对未受污染，而成土母质、土壤类型及农作历史等一致的区域布点。

- b) 布点方法在满足上述条件的前提下,尽量将监测点位布设在成土母质或土壤类型所代表区域的中部位置。

4.3.1.2 农田土壤环境质量监测布点原则与方法

- a) 农田土壤环境质量监测主要指土壤环境质量现状监测,如禁产区划分监测、污染事故调查监测、无公害农产品基地监测等。布点原则应坚持“哪里有污染就在哪里布点”,即将监测点位布设在已经证实受到污染的或怀疑受到了污染的地方。
- b) 布点方法根据污染类型特征确定。
 - 1) 大气污染型土壤监测点:以大气污染源为中心,采用放射状布点法。布点密度由中心起由密渐稀,在同一密度圈内均匀布点。此外,在大气污染源主导风下风方向应适当延长监测距离和增加布点数量。
 - 2) 灌溉水污染型土壤监测点:在纳污灌溉水体两侧,按水流方向采用带状布点法。布点密度自灌溉水体纳污口起由密渐稀,各引灌段相对均匀。
 - 3) 固体废物堆污染型土壤监测点:地表固体废物堆可结合地表径流和当地常年主导风向,采用放射布点法和带状布点法;地下填埋废物堆根据填埋位置可采用多种形式的布点法。
 - 4) 农用固体废弃物污染型土壤监测点:在施用种类、施用量、施用时间等基本一致的情况下采用均匀布点法。
 - 5) 农用化学物质污染型土壤监测点:采用均匀布点法。
 - 6) 综合污染型土壤监测点:以主要污染物排放途径为主,综合采用放射布点法、带状布点法及均匀布点法。
- c) 农田土壤环境质量监测对照点的布设原则与方法。在污染事故调查等监测中,需要布设对照点以考察监测区域的污染程度。选择与监测区域土壤类型、耕作制度等相同而且相对未受污染的区域采集对照点;或在监测区域内采集不同深度的剖面样品作为对照点。

4.3.1.3 农田土壤长期定点定位监测布点原则与方法

- a) 农田土壤长期定点定位监测,一般为国家或地方制定中长期政策所进行的监测。布点应当在农业环境区划的基础上进行,以客观、真实反映各级区划单元环境质量整体状况变化和污染特征为原则。
- b) 布点方法在反映污染特征的前提下,在各级区划单元(如污水灌区、工矿企业周边区、大中城市郊区、一般农区等)内部,可采用均匀布点法。
- c) 国家和省级长期定点定位监测点的设置、变更、撤销应当通过专家论证,并建立档案。

4.3.2 布点数量

4.3.2.1 基本原则

土壤监测的布点数量要根据调查目的、调查精度和调查区域环境状况等因素确定。一般原则是:

- a) 以最少点数达到目的为最好。
- b) 精度越高,布点数越多,反之越少。
- c) 区域环境条件越复杂,布点越多,反之越少。
- d) 污染越严重,布点越多,反之越少。
- e) 无论何种情况,每个监测单元最少应设 3 个点。

4.3.2.2 点代表面积

根据不同的调查目的,每个点的代表面积可按以下情况掌握,如有特殊情况可做适当的调整:

- a) 农田土壤背景值调查:每个点代表面积 $200 \text{ hm}^2 \sim 1\,000 \text{ hm}^2$ 。
- b) 农产品产地污染普查:污染区每个点代表面积 $10 \text{ hm}^2 \sim 300 \text{ hm}^2$,一般农区每个点代表面积 $200 \text{ hm}^2 \sim 1\,000 \text{ hm}^2$ 。

- c) 农产品产地安全质量划分:污染区每个点代表面积 $5 \text{ hm}^2 \sim 100 \text{ hm}^2$,一般农区每个点代表面积 $150 \text{ hm}^2 \sim 800 \text{ hm}^2$ 。
- d) 禁产区确认:每个点代表面积 $10 \text{ hm}^2 \sim 100 \text{ hm}^2$ 。
- e) 污染事故调查监测:每个点代表面积 $1 \text{ hm}^2 \sim 50 \text{ hm}^2$ 。

4.3.2.3 布点数量

- a) 农田土壤背景值调查、农产品产地污染普查、农产品产地安全质量划分以及污染事故调查监测等,根据上述布点原则、点代表面积以及监测单元的具体情况,确定布点数量。如情况复杂需要提高监测精度,可适当增加布点数量。
- b) 农田土壤长期定点定位监测:根据监测区域类型不同,确定监测点的数量。工矿企业周边农产品生产区监测,每个区 5 个点~12 个点;污水灌溉区农产品生产区监测,每个区 10 个点~12 个点;大中城市郊区农产品生产区,每个区 10 个点~15 个点;重要农产品生产区,每个区 5 个点~15 个点。

4.4 样品采集

4.4.1 采样准备

4.4.1.1 采样物质准备

包括采样工具、器材、文具及安全防护用品等。

- a) 工具类:铁铲、铁镐、土铲、土钻、土刀、木片及竹片等。
- b) 器材类:GPS 定位仪、罗盘、高度计、卷尺、标尺、容重圈、铝盒、样品袋、标本盒、照相机以及其他特殊仪器和化学试剂。
- c) 文具类:样品标签、记录表格、文具夹、记号笔等小型用品。
- d) 安全防护用品:工作服、雨衣、防滑登山鞋、安全帽、常用药品等。
- e) 运输工具:越野车、样品箱、保温设备等。

4.4.1.2 组织准备

组织具有一定野外调查经验、熟悉土壤采样技术规程、工作负责的专业人员组成采样组。采样前组织学习有关业务技术工作方案。

4.4.1.3 技术准备

- a) 样点位置图(或工作图)。
- b) 样点分布一览表,内容包括编号、位置、土类和母质母岩等。
- c) 各种图件:交通图、地质图、土壤图、大比例的地形图(标有居民点、村庄等)。

4.4.1.4 现场踏勘,野外定点,确定采样地块

- a) 样点位置图上确定的样点受现场情况干扰时,要作适当的修正。
- b) 采样点应距离铁路或主要公路 300 m 以上。
- c) 不能在住宅、路旁、沟渠、粪堆、废物堆及坟堆附近设采样点。
- d) 不能在坡地、洼地等具有从属景观特征的地方设采样点。
- e) 采样点应设在土壤自然状态良好,地面平坦,各种因素都相对稳定,并具有代表性的面积在 $1 \text{ hm}^2 \sim 2 \text{ hm}^2$ 的地块。
- f) 采样点一经选定,应用 GPS 定位并作标记,建立样点档案供长期监控用。

4.4.2 采集阶段

4.4.2.1 土壤污染监测、土壤污染事故调查及土壤污染纠纷的法律仲裁的土壤采样一般要按以下三个阶段进行:

- a) 前期采样。对于潜在污染和存在污染的土壤,可根据背景资料和现场考察结果,在正式采样前采集一定数量的样品进行分析测试,用于初步验证污染物扩散方式和判断土壤污染程度,并为

选择布点方法和确定测试项目等提供依据。前期采样可与现场调查同时进行。

- b) 正式采样。在正式采样前,应首先制定采样计划。采样计划应包括布点方法、样品类型、样点数量、采样工具、质量保证措施、样品保存及测试项目等内容。按照采样计划实施现场采样。
- c) 补充采样。正式采样测试后,发现布设的样点未满足调查的需要,则要进行补充采样。例如,在污染物高浓度的区域适当增加点位。

4.4.2.2 土壤环境质量现状调查、面积较小的土壤污染调查和时间紧急的污染事故调查可采取一次采样方式。

4.4.3 样品采集

4.4.3.1 农田土壤剖面样品采集

- a) 土壤剖面点位不得选在土类和母质交错分布的边缘地带或土壤剖面受破坏的地方。
- b) 土壤剖面规格为宽 1 m,深 1 m~2 m,视土壤情况而定。久耕地取样至 1 m,新垦地取样至 2 m,果林地取样至 1.5 m~2 m;盐碱地地下水位较高,取样至地下水位层;山地土层薄,取样至母岩风化层(见图 1)。

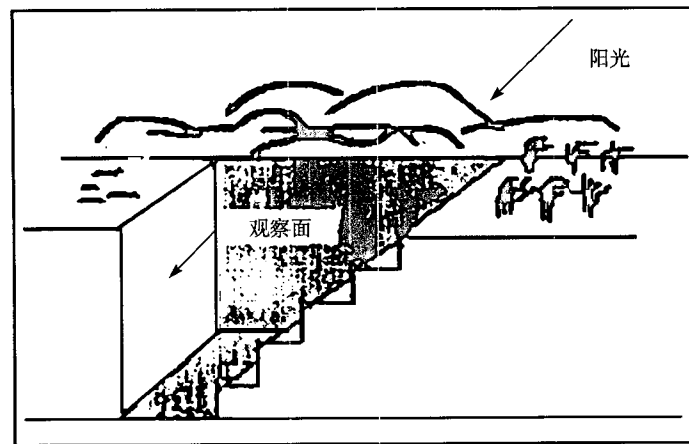


图 1 土壤规格剖面示意图

- c) 用剖面刀将观察面修整好,自上至下削去 5 cm 厚、10 cm 宽呈新鲜剖面。准确划分土层,分层按梅花法,自下而上逐层采集中部位置土壤。分层土壤混合均匀各取 1 kg 样,分层装袋记卡。
- d) 采样注意事项:挖掘土壤剖面要使观察面向阳,表土与底土分放土坑两侧,取样后按原层回填。

4.4.3.2 农田土壤混合样品采集

4.4.3.2.1 混合样采集方法

- a) 每个土壤单元至少有 3 个采样点组成,每个采样点的样品为农田土壤混合样。
- b) 对角线法:适用于污水灌溉的农田土壤,由田块进水口向出水口引一对角线,至少五等分,以等分点为采样分点。土壤差异性大,可再等分,增加分点数。
- c) 梅花点法:适于面积较小、地势平坦、土壤物质和受污染程度均匀的地块,设分点 5 个左右。
- d) 棋盘式法:适宜中等面积、地势平坦、土壤不够均匀的地块,设分点 10 个左右;但受污泥、垃圾等固体废弃物污染的土壤,分点应在 20 个以上。
- e) 蛇形法:适宜面积较大、土壤不够均匀且地势不平坦的地块,设分点 15 个左右,多用于农业污染型土壤。

4.4.3.2.2 必要时,土壤与农产品同步采集。

4.4.4 采样深度及采样量

种植一般农作物,每个分点处采 0 cm~20 cm 耕作层土壤;种植果林类农作物,每个分点处采

0 cm~60 cm 耕作层土壤。了解污染物在土壤中的垂直分布时,按土壤发生层次采土壤剖面样。各分点混匀后取 1 kg,多余部分用四分法弃去。

4.4.5 采样时间及频率

4.4.5.1 一般土壤样品在农作物成熟或收获后与农作物同步采集。

4.4.5.2 污染事故监测时,应在收到事故报告后立即组织采样。

4.4.5.3 科研性监测时,可在不同生育期采样或视研究目的而定。

4.4.5.4 采样频率根据工作需要确定。

4.4.6 采样现场记录

4.4.6.1 采样同时,专人填写土壤标签、采样记录、样品登记表,并汇总存档。土壤标签见图 2;采样记录、样品登记表见附录 A 中表 A.1、表 A.2。

土壤样品标签	
样品编号 _____	业务代号 _____
样品名称 _____	
土壤类型 _____	
监测项目 _____	
采样地点 _____	
采样深度 _____	
采 样 人 _____	采 样 时 间 _____

图 2 土壤样品标签

4.4.6.2 填写人员根据明显地物点的距离和方位,将采样点标记在野外实际使用地形图上,并与记录卡和标签的编号统一。

4.4.7 采样注意事项

4.4.7.1 测定重金属的样品,尽量用竹铲、竹片直接采取样品;或用铁铲、土钻挖掘后,用竹片刮去与金属采样器接触的部分,再用竹片采取样品。

4.4.7.2 所采土样装入塑料袋内,外套布袋。填写土壤标签一式两份,一份放入袋内,一份扎在袋口或用不干胶标签直接贴在塑料袋上。

4.4.7.3 采样结束应在现场逐项逐个检查。如采样记录表、样品登记表、样袋标签、土壤样品、采样点位图标记等有缺项、漏项和错误处,应及时补齐和修正后方可撤离现场。

4.5 样品编号

4.5.1 农田土壤样品编号是由类别代号、顺序号组成。

4.5.1.1 类别代号:用环境要素关键字中文拼音的大写字母表示,即“T”表示土壤。

4.5.1.2 顺序号用阿拉伯数字表示不同地点采集的样品,样品编号从 T001 号开始,一个顺序号为一个采集点的样品。

4.5.2 对照点和背景点样,在编号后加“CK”。

4.5.3 样品登记的编号、样品运转的编号均与采集样品的编号一致,以防混淆。

4.6 样品运输

4.6.1 样品装运前必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对,核对无误后分类装箱。

4.6.2 样品在运输中严防样品的损失、混淆或沾污,并派专人押运,按时送至实验室。接受者与送样者双方在样品登记表上签字,样品记录由双方各存一份备查。

4.7 样品制备

4.7.1 制样工作场地

应设风干室、磨样室。房间向阳(严防阳光直射土样),通风、整洁、无扬尘、无易挥发化学物质。

4.7.2 制样工具与容器

4.7.2.1 晾干用白色搪瓷盘及木盘。

4.7.2.2 磨样用玛瑙研磨机、玛瑙研钵、白色瓷研钵、木滚、木棒、木捶、有机玻璃棒、有机玻璃板、硬质木板、无色聚乙烯薄膜等。

4.7.2.3 过筛用尼龙筛,规格为20目~100目。

4.7.2.4 分装用具塞磨口玻璃瓶、具塞无色聚乙烯塑料瓶,无色聚乙烯塑料袋或特制牛皮纸袋,规格视量而定。

4.7.3 制样程序

4.7.3.1 土样接交:采样组填写送样单一式三份,交样品管理人员、加工人员各一份,采样组自存一份。三方人员核对无误签字后开始磨样。

4.7.3.2 湿样晾干:在晾干室将湿样放置晾样盘,摊成2 cm厚的薄层,并间断地压碎、翻拌,拣出碎石、砂砾及植物残体等杂质。

4.7.3.3 样品粗磨:在磨样室将风干样倒在有机玻璃板上,用捶、滚、棒再次压碎,拣出杂质并用四分法分取压碎样,全部过20目尼龙筛。过筛后的样品全部置于无色聚乙烯薄膜上,充分混合直至均匀。经粗磨后的样品用四分法分成两份,一份交样品库存放,另一份作样品的细磨用。粗磨样可直接用于土壤pH、土壤阳离子交换量、土壤速测养分含量、元素有效性含量分析。

4.7.3.4 样品细磨:用于细磨的样品用四分法进行第二次缩分成两份,一份留备用,一份研磨至全部过60目或100目尼龙筛,过60目(孔径0.25 mm)土样,用于农药或土壤有机质、土壤全氮量等分析;过100目(孔径0.149 mm)土样,用于土壤元素全量分析。

4.7.3.5 样品分装:经研磨混均后的样品,分装于样品袋或样品瓶。填写土壤标签一式两份(土壤标签格式见图2),瓶内或袋内放1份,外贴1份。

4.7.4 制样注意事项

4.7.4.1 制样中,采样时的土壤标签与土壤样始终放在一起,严禁混错。

4.7.4.2 每个样品经风干、磨碎、分装后送到实验室的整个过程中,使用的工具与盛样容器的编码始终一致。

4.7.4.3 制样所用工具每处理一份样品后擦洗一次,严防交叉污染。

4.7.4.4 分析挥发性、半挥发有机污染物(酚、氰等)或可萃取有机物无需制样,新鲜样测定,同时测定水分。

4.8 样品保存

4.8.1 风干土样按不同编号、不同粒径分类存放于样品库,保存半年至1年。或分析任务全部结束,检查无误后,如无需保留可弃去。

4.8.2 新鲜土样用于挥发性、半挥发有机污染物(酚、氰等)或可萃取有机物分析,新鲜土样选用玻璃瓶置于冰箱,小于4℃,保存半个月。

4.8.3 土壤样品库经常保持干燥、通风,无阳光直射、无污染;要定期检查样品,防止霉变、鼠害及土壤标签脱落等。

4.8.4 农田土壤定点监测的样品应长期保存。

5 农田土壤环境质量监测项目及分析方法

5.1 监测项目确定的原则

5.1.1 根据当地环境污染状况(如农区大气、农灌水、农业投入品等),选择在土壤中累积较多,影响范围广,毒性较强且难降解的污染物。

5.1.2 根据农作物对污染物的敏感程度,优先选择对农作物产量、安全质量影响较大的污染物。如重金属、农药、除草剂等。

5.2 分析方法选择的原则

5.2.1 优先选择国家标准、行业标准的分析方法。

5.2.2 其次选择由权威部门规定或推荐的分析方法。

5.2.3 根据各地实际情况,自选等效分析方法。但应做比对实验,其检出限、准确度、精密度不低于相应的通用方法要求水平或待测物准确定量的要求。

5.3 农田土壤监测分析方法

根据不同的监测目的、监测能力,选择监测项目。表1列出了常见的监测项目及监测方法,监测方法优先选择国家标准、行业标准或其他等同推荐方法。

表1 农田土壤监测项目及分析方法

序号	监测项目	监测方法	方法来源
1	总铜	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17138
2	有效态铜	二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890
3	总锌	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17138
4	有效态锌	二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890
5	总铅	KI-MIBK萃取火焰原子吸收分光光度法 石墨炉原子吸收分光光度法	GB/T 17140 GB/T 17141
6	总铬	土壤总铬的测定 土壤总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法	NY/T 1121.12 HJ 491
7	总镍	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17139
8	总镉	KI-MIBK萃取火焰原子吸收分光光度法 石墨炉原子吸收分光光度法	GB/T 17140 GB/T 17141
9	总汞	冷原子吸收分光光度法 原子荧光法	GB/T 22105 NY/T 1121.10
10	总砷	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 硼氢化钾-硝酸银分光光度法 土壤质量 总汞、总砷、总铅 原子荧光法	GB/T 17134 GB/T 17135 GB/T 22105
11	pH	土壤pH的测定	NY/T 1377
12	水分	土壤水分测定法 土壤干物质和水分的测定 重量法	NY/T 52 HJ 613
13	阳离子交换量	石灰性土壤阳离子交换量的测定	NY/T 1121.5
14	水溶性盐	土壤水溶性盐总量的测定	NY/T 1121.16
15	容重	土壤容重的测定	NY/T 1121.4
16	机械组成	土壤机械组成的测定	NY/T 1121.3
17	氯化物	土壤氯离子含量的测定	NY/T 1121.17
18	总氮	土壤全氮测定法(半微量凯氏法)	NY/T 53
19	总磷	土壤全磷测定法	NY/T 88
20	有效磷	石灰性土壤有效磷测定方法	NY/T 148
21	有机质	土壤有机质的测定	NY/T 1121.6
22	氟化物	土壤质量 氟化物的测定 离子选择电极法	GB/T 22104
23	硫酸根离子	土壤硫酸根离子含量的测定	NY/T 1121.18
24	有效态铁	土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890

表 1 (续)

序号	监测项目	监测方法	方法来源
25	有效态锰	土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890
26	有机碳	土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化—分光光度法	HJ 615
27	挥发性有机物	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 605
28	最大吸湿量	土壤最大吸湿量的测定	NY/T 1121.21
29	硒	土壤中全硒的测定	NY/T 1104
30	全钾	土壤全钾测定法	GB 9836
31	速效钾	土壤速效钾和缓效钾含量的测定	NY/T 889
32	钙	土壤全量钙、镁、钠的测定	NY/T 296
33	镁	土壤全量钙、镁、钠的测定	NY/T 296
34	钠	土壤全量钙、镁、钠的测定	NY/T 296
35	交换性钙	土壤交换性钙和镁的测定	NY/T 1121.13
36	交换性镁	土壤交换性钙和镁的测定	NY/T 1121.13
37	有效态铁	二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890
38	有效态锰	二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法	NY/T 890
39	有效钼	土壤有效钼的测定	NY/T 1121.9
40	有效硼	土壤有效硼的测定	GB 12298
41	硫酸盐	土壤硫酸根离子含量的测定	NY/T 1121.18
42	有效硫	土壤有效硫的测定	NY/T 1121.14
43	六六六	气相色谱法	GB/T 14550
44	滴滴涕	气相色谱法	GB/T 14550
45	六种多环芳烃	高效液相色谱法	GB 13198
46	稀土总量	分光光度法	GB 6260
47	有效态铅	土壤质量 有效态铅和镉的测定	GB/T 23739
48	有效态镉	土壤质量 有效态铅和镉的测定	GB/T 23739
49	磺酰胺类除草剂	液相色谱—质谱法	NY/T 1616
50	有机磷农药	气相色谱法	GB/T 14552

5.4 实验记录

- a) 标准溶液配制表,见表 A. 4。
- b) 标准溶液标定原始登记表,见表 A. 5。
- c) 标准溶液(稀释)原始记录表,见表 A. 6。
- d) 原子荧光分析原始记录表,见表 A. 7。
- e) 原子吸收火焰法实验原始记录表,见表 A. 8。
- f) 原子吸收石墨炉法实验原始记录表,见表 A. 9。
- g) 重量分析原始记录表,见表 A. 10。
- h) 容量分析原始记录表,见表 A. 11。
- i) 离子计分析原始记录表,见表 A. 12。
- j) pH 原始记录表,见表 A. 13。
- k) 分光光度法测定原始记录表,见表 A. 14。
- l) ICP/MS 实验原始记录表,见表 A. 15。
- m) 气相色谱测定有机磷农药残留原始记录表,见表 A. 16—1~表 16—4。
- n) 液相色谱—荧光法测定氨基甲酸酯类农药残留原始记录表,见表 A. 17—1~表 17—4。

- o) 气相色谱—质谱联用法测定农药残留原始记录表,见表 A. 18—1~表 18—3。
p) 气相色谱测定有机氯及拟除虫菊脂类农药残留原始记录表,见表 A. 19—1~表 19—4。

6 农田土壤环境质量监测实验室分析质量控制与质量保证

6.1 实验室内部质量控制

6.1.1 分析质量控制基础实验

6.1.1.1 全程序空白值测定

全程序空白值是指用某一方法测定某物质时,除样品中不含该测定物质外,整个分析过程的全部因素引起的测定信号值或相应浓度值。全程序空白响应值计算见式(1)。

$$x_i = \bar{x}_i + ks \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- x_i ——全程序空白响应值;
 \bar{x}_i ——测定 n 次空白溶液的平均值($n \geq 20$);
 s ——标准偏差,计算公式见式(2);
 k ——根据一定置信度确定的系数,一般为 3。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{m(n-1)}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- n ——每天测定平行样个数;
 m ——测定天数。

6.1.1.2 检出限

检出限是指对某一特定的分析方法,在给定的置信水平内,可以从样品中检测待测物质的最小浓度或最小量。一般将 3 倍空白值的标准偏差(测定次数 $n \geq 20$)相对应的质量或浓度称为检出限。

- a) 吸收法和荧光法(包括分子吸收法、原子吸收法、荧光法等)检出限计算公式见式(3)。

$$L = \frac{x_i - \bar{x}_i}{b} = \frac{ks}{b} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- L ——检出限;
 b ——标准曲线的斜率。

- b) 色谱法(包括 GC、HPLC):气相色谱法以最小检出量或最小检出浓度表示。最小检出量系指检测器恰能产生一般为 3 倍噪音的响应信号时,所需进入色谱柱的物质最小量;最小检出浓度系指最小检出量与进样量(体积)之比。

检出限计算公式见式(4)。

$$L = \frac{s_b}{b} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- s_b ——为仪器噪音的 3 倍,即仪器能辨认的最小的物质信号。
c) 离子选择电极法:以校准曲线的直线部分外延的延长线与通过空白电位平行于浓度轴的直线相交时,其交点所对应的浓度值。

测得的空白值计算出的 L 值不应大于分析方法规定的检出限。如大于方法规定值时,必须找出原因降低空白值,重新测定计算直至合格。

6.1.2 校准曲线的绘制、检查与使用

6.1.2.1 校准曲线的绘制

按分析方法的步骤,设置 6 个以上标准系列浓度点,各浓度点的测量信号值减去零浓度点的测量信号值,经回归方程计算后绘制校正曲线。校准曲线的相关系数接近或达到 0.999(根据测定成分浓度、使用的方法等确定)。

6.1.2.2 校准曲线的检查

当校准曲线的相关系数 $r < 0.990$,应对校准曲线各点测定值进行检验或重新测定;当 r 接近或达到 0.999 时即符合要求。

6.1.2.3 校准曲线的使用

校准曲线不合格,不能使用;使用时,不得随意超出标准系列浓度范围;不得长期使用。

6.1.3 精密度控制

6.1.3.1 测定率

凡可以进行平行双样分析的项目,每批样品每个项目分析时均须做 10%~15% 平行样品。5 个样品以下,应增加到 50% 以上。

6.1.3.2 测定方式

由分析者自行编入的明码平行样或由质控员在采样现场或实验室编入的密码平行样,二者等效,不必重复。

6.1.3.3 合格要求

平行双样测定结果的误差在允许误差范围之内者为合格。允许误差范围见表 2。对未列出容许误差的方法,当样品的均匀和稳定性较好时,参考表 3 的规定。当平行双样测定全部不合格者,重新进行平行双样的测定;平行双样测定合格率 $< 95\%$ 时,除对不合格者重新测定外,再增加 10%~20% 的测定率,如此累进,直至总合格率 $\geq 95\%$ 。

表 2 土壤监测平行双样测定值的精密度和准确度允许误差

监测项目	样品含量范围 mg/kg	精密度		准确度			适用的分析方法
		室内相对偏差, %	室间相对偏差, %	加标回收率, %	室内相对误差, %	室间相对误差, %	
镉	<0.1	±30	±40	75~110	±30	±40	石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)
	0.1~0.4	±20	±30	85~110	±20	±30	
	>0.4	±10	±20	90~105	±10	±20	
汞	<0.1	±20	±30	75~110	±20	±30	冷原子吸收法、氢化物发生-原子荧光光谱法、ICP-MS 法
	0.1~0.4	±15	±20	85~110	±15	±20	
	>0.4	±10	±15	90~105	±10	±15	
砷	<10	±15	±20	85~105	±15	±20	氢化物发生-原子荧光光谱法、分光光度法、ICP-MS 法
	10~20	±10	±15	90~105	±10	±15	
	20~100	±5	±10	90~105	±5	±10	
	>100	±5	±10				
铜	<20	±10	±15	85~105	±10	±15	火焰原子吸收光谱法、ICP-MS 法、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)
	20~30	±10	±15	90~105	±10	±15	
	>30	±10	±15	90~105	±10	±15	
铅	<20	±20	±30	80~110	±20	±30	原子吸收光谱法(火焰或石墨炉法)、ICP-MS 法、ICP-AES 法
	20~40	±10	±20	85~110	±10	±20	
	>40	±5	±15	90~105	±5	±15	
铬	<50	±15	±20	85~110	±15	±20	原子吸收光谱法
	50~90	±10	±15	85~110	±10	±15	
	>90	±5	±10	90~105	±5	±10	

表 2 (续)

监测项目	样品含量范围 mg/kg	精密度		准确度			适用的分析方法
		室内相对偏差/%	室间相对偏差/%	加标回收率,%	室内相对误差,%	室间相对误差,%	
锌	<50	±10	±15	85~110	±10	±15	火焰原子吸收光谱法、ICP-MS法、ICP-AES法
	50~90	±10	±15	85~110	±10	±15	
	>90	±5	±10	90~105	±5	±10	
镍	<20	±15	±20	80~110	±15	±20	火焰原子吸收光谱法、ICP-MS法、ICP-AES法
	20~40	±10	±15	85~110	±10	±15	
	>40	±5	±10	90~105	±5	±10	

表 3 土壤监测平行双样最大允许相对偏差

元素含量范围 mg/kg	最大允许相对偏差 %	元素含量范围 mg/kg	最大允许相对偏差 %
>100	±5	0.1~1.0	±25
10~100	±10	<0.1	±30
1.0~10	±20		

6.1.4 准确度控制

6.1.4.1 使用标准物质和质控样品

例行分析中,每批要带测质控平行双样,在测定的精密度合格的前提下,质控样测定值必须落在质控样保证值(在95%的置信水平)范围之内,否则本批结果无效,需重新分析测定。

6.1.4.2 加标回收率的测定

当选测的项目无标准物质或质控样品时,可用加标回收实验来检查测定准确度。

- 加标率:在一批试样中,随机抽取10%~20%试样进行加标回收测定。样品数不足10个时,适当增加加标比率。每批同类型试样中,加标试样至少1个。
- 加标量:加标量视被测组分含量而定,含量高的加入被测组分含量的0.5倍~1.0倍,含量低的加2倍~3倍,但加标后被测组分的总量不得超出方法的测定上限。加标浓度宜高,体积小,不应超过原试样体积的1%。
- 合格要求:加标回收率应在加标回收率允许范围之内。加标回收率允许范围见表2。当加标回收合格率小于70%时,对不合格者重新进行回收率的测定,并另增加10%~20%的试样作加标回收率测定,直至总合格率大于或等于70%。

6.1.5 质量控制图

- 必测项目应作准确度质控图,用质控样的保证值 x 与标准偏差 s ,在95%的置信水平,以 X 作为中心线、 $X \pm 2s$ 作为上下警告线、 $X \pm 3s$ 作为上下控制线的基本数据,绘制准确度质控图,用于分析质量的自控。
- 每批所带质控样的测定值落在中心附近、上下警告线之内,则表示分析正常,此批样品测定结果可靠;如果测定值落在上下控制线之外,表示分析失控,测定结果不可信,检查原因,纠正后重新测定;如果测定值落在上下警告线和上下控制线之间,虽分析结果可接受,但有失控倾向,应予以注意。如果测定值落在中心附近、上下警告线之内,但落在中心线一侧,表示有系统误差,应予以检查原因,进行调整。

6.1.6 监测数据异常时的质量控制

- 首先检查实验室检测质量,对实验的准确度、精密度等按照(6.1)进行检查。证实实验室工作质量可靠后,进行前一步的工作检查。若有疑问,则需重新检测。

- b) 检查样品制备工作质量,对样品的整个制备过程进行详细检查,看是否会发生污染。证实工作的可靠后,可再进行前一步的检查。若有疑问,则需重新进行样品制备。
- c) 查看该采样点以前监测记录,若与该样点以前的数据相吻合,则可确认此次检测结果的可靠性,否则需重新采样监测。
- d) 用 GPS 定位仪及现场标记,按照原方法再次进行采样。检测结果与前次测定结果进行对比,若结果吻合,则证实超标点位的测试结果可靠性。

6.2 实验室间的质量控制

在多个试验室参加协作项目监测时,为确保实验室检测能力和水平,保证出具数据的可靠性和可比性,应对实验室间进行比对和能力验证,具体可采用以下六步质量控制法:

- a) 技术培训:包括采样方法、分析方法、数据处理方法和报告格式。
- b) 现场考核:包括仪器性能指标考核、人员操作考核、盲样考核、报告格式及内容考核。
- c) 加标质控:全部样品加平行密码质控样,跟踪质控。
- d) 中期抽查:实验中期对数据进行抽检,发现不符合要求的,及时纠正。
- e) 抽检互检:对实验样品进行抽检与互检,以保证检测结果的可信性、可比性。
- f) 最终审核:对全部数据进行汇总、审核,确保工作质量。

7 农田土壤环境质量监测数理统计

7.1 实验室分析结果数据处理

7.1.1 几个基本统计量

7.1.1.1 平均值(算术)计算公式见式(5)。

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- \bar{x} —— n 次重复测定结果的算术平均值;
- n —— 重复测定次数;
- x_i —— n 次测定中第 i 个测定值。

7.1.1.2 中位值计算公式见式(6)、式(7)。

$$\text{中位值} = \frac{\text{第} \frac{n}{2} \text{个数的值} + \text{第} \left(\frac{n}{2} + 1\right) \text{个数的值}}{2} \text{ (} n \text{ 为偶数时)} \dots\dots\dots (6)$$

$$\text{中位值} = \text{第} \frac{n+1}{2} \text{个数的值 (} n \text{ 为奇数时)} \dots\dots\dots (7)$$

7.1.1.3 范围偏差(R)也称极差,计算公式见式(8)。

$$R = x_{\max} - x_{\min} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- x_{\max} —— 最大数值;
- x_{\min} —— 最小数值。

7.1.1.4 平均偏差(\bar{d})计算公式见式(9)。

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$$

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \dots\dots\dots (9)$$

式中:

x_i ——某一测量值;

\bar{x} ——多次测量值的均值。

7.1.1.5 相对平均偏差 $\bar{d}(\%)$ 计算公式见式(10):

$$\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

\bar{d} ——相对平均偏差;

\bar{d} ——平均偏差。

7.1.1.6 标准偏差

a) 实验室内平行性精密度, 此时标准偏差 s 计算公式见式(11)。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

s ——标准偏差;

x_i ——第 i 个样品的测定值;

\bar{x} —— n 个样品测定结果的平均值。

b) 实验室内的重复性精密度或多次测量的精密度, 此时标准偏差 s_r 计算公式见式(12)。

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m \sum_{i=1}^n (x_{ij} - \bar{x})^2}{m(n-1)}} \text{ 或 } s_r = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m s_j^2}{m}} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

s_r ——实验室内重复性标准偏差(重复性精密度);

m ——重复测量次数;

x_{ij} ——第 j 次重复测第 i 个样品的测量值。

c) 各实验室平均值的标准偏差, 用 s_{x_j} 表示, 计算公式见式(13)。

$$s_{x_j} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^p (\bar{x}_j - \bar{x})^2}{p-1}} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

s_{x_j} ——实验室间平均值的标准偏差;

\bar{x}_j ——第 j 个实验室的平均值;

\bar{x} ——所有实验室测量结果的总平均值;

p ——实验室个数。

d) 实验室间的重现性精密度, 标准偏差用 s_r 表示, 计算公式见式(14)。

$$s_r = \sqrt{s_{x_j}^2 + s_r^2 \cdot \frac{n-1}{n}} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

s_r ——实验室间重复性精密度;

$s_{x_j}^2$ ——实验室间平均值标准偏差的平方;

s_r^2 ——实验室内重复性标准偏差的平方。

根据监测对精密度的要求选择相应的计算公式。

7.1.1.7 相对标准偏差 RSD 计算公式见式(15)：

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中：

s ——标准偏差；

\bar{x} ——测定平均值。

7.1.1.8 误差计算公式见式(16)。

$$\epsilon = \bar{x} - \mu \dots\dots\dots (16)$$

式中：

ϵ ——绝对误差；

μ ——真值。

7.1.1.9 相对误差(RE)计算公式见式(17)。

$$RE = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \times 100 \dots\dots\dots (17)$$

7.1.1.10 方差(s^2)计算公式见式(18)。

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \dots\dots\dots (18)$$

7.1.2 有效数字的计算修约规则

按 GB 8170 的规定执行。

7.1.3 可疑数据的取舍

由于非标准布点采样或由运输、储存、分析的失误所造成的离群数据和可疑数据,无须检验就应剔除。在确认没有失误的情况下,应用 Grubbs、Dixon 法检验剔除。

7.2 监测结果的表示

- a) 平行样的测定结果用平均值表示。
- b) 一组测定数据用 Grubbs、Dixon 法检验剔除离群值后以平均值报出。
- c) 低于分析方法检出限的测定值按“未检出”报出,但应注明检出限。参加统计时,按二分之一检出限计算;但在计算检出限时,按未检出统计。

7.3 监测数据录入的位数

- a) 表示分析结果的有效数字一般保留 3 位,但不能超过方法检出限的有效数字位数。
- b) 表示分析结果精密度的数据,只取 1 位有效数字。当测定次数很多时,最多只取 2 位有效数字。

7.4 监测结果统计

样品测定完后,要进行登记统计。农田土壤环境质量监测结果报表,见表 A. 20;农田土壤环境质量监测结果统计表,见表 A. 21。

8 农田土壤环境质量监测结果评价

首先根据不同的监测目的,选择适当的评价依据及评价方法,对监测点位进行评价;在此基础上对整个监测区域土壤环境质量状况作出评价,包括:计算出不同环境质量土壤的面积(或产量)、不同污染物的分担率等,并最终得出监测区域土壤环境质量划分等级,以便合理利用。

8.1 评价依据

8.1.1 累积性评价

以当地同一种类土壤背景值或对照点测定值为累积性评价指标值；

8.1.2 适宜性评价

以同一种土壤类型,同一作物种类,同一污染物有效态安全临界值作为适宜性评价指标值。对目前尚无临界值的污染物,可通过土壤中的污染物对其上种植的农产品产量和安全质量构成的威胁程度作出判定。

8.2 评价方法

8.2.1 累积性评价

比较单一污染物累积程度,用单项累积指数法;比较多种污染物综合累积程度用综合累积指数法。具体按照《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.1 执行。

累积指数等级划分见《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.1.5 表 1 和表 2。

8.2.2 适宜性评价

根据种植农作物对土壤中污染物的适宜性评价指数以及土壤中污染物对农产品产量和安全质量构成的威胁程度,作出适宜性判定。具体按照《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.2 中表 3 执行。

8.3 评价方法的选择

8.3.1 区域背景监测

用累积性评价方法。

8.3.2 土壤污染普查监测

以累积性评价方法为主,在污染严重、累积指数较高的区域,仍须做适宜性评价。

8.3.3 产地安全质量划分

用适宜性评价方法。

8.3.4 土壤污染事故调查

根据具体要求进行。一般首先用累积性评价,在污染严重,怀疑可能对农产品产量和安全质量造成危害的区域,仍需用适宜性评价。

8.3.5 农田土壤定点监测

用累积性评价方法。

8.4 各类参数计算方法

8.4.1 土壤中污染物单项累积指数

见《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.1 公式(1)。

8.4.2 土壤中污染物综合累积指数

见《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.1 公式(2)。

8.4.3 土壤中污染物适宜性评价指数

见《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.2 公式(3)。

8.4.4 农产品超标率

见《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.2 公式(4)。

8.4.5 土壤样本超标率

土壤中污染物适宜性评价指数大于 1 的样本数除以土壤总样本数。

8.4.6 土壤面积超标率

土壤中污染物适宜性评价指数大于 1 的样本代表面积除以土壤监测总面积。

8.4.7 土壤累积性污染分担率

土壤某项累积性污染指数除以土壤中各项累积性污染指数之和。

8.4.8 土壤适宜性污染分担率

土壤某项污染物适宜性评价指数除以土壤中各项污染物适宜性评价指数之和。

8.4.9 土壤(不同)累积程度污染区域计算

分别用土壤监测点位不同累积性评价结果(包括单项累积指数和综合累积指数)乘以监测点代表面积(或产量),计算出不同累积程度的区域面积(或产量)。

8.4.10 土壤(不同)安全质量区域计算

用土壤环境质量适宜性等级划分结果乘以监测点代表面积(或产量),计算出不同土壤环境质量等级的面积(或产量)。

8.5 农田土壤环境质量适宜性等级划分

按照《耕地土壤重金属污染评价技术规程》3.3表4和《农产品产地适宜性评价技术规范》8执行。

9 资料整编

9.1 监测的目的和意义及监测背景。

9.2 资料的收集及监测区域的描述包括监测区的自然环境(地形地貌、气候、土壤、地质、水文等)、自然资源条件(光热资源、水资源、生物资源等)、基础设施条件、土地利用方式、土地利用总体规划、污染源分布及污染物排放情况、人文社会条件等。

9.3 布点采样方法的选择及解释。

9.4 样品保存运输。

9.5 监测项目及分析测试方法。

9.6 监测结果统计及评价。

9.7 结果分析及环境质量评价。

9.8 产地安全质量评价图及评价表。

- a) 图件的分类:可分为点位分布图、点位环境质量评价图、监测区单元素环境质量评价图及多元素综合环境质量评价图及环境质量趋势分析图等。具体图件名称及图件数量可视监测任务及监测点位多少而定。
- b) 图件必须注明编制方法及评价标准。
- c) 图件基础要素包括居民地、河流及水库、等高线、公路及铁路、区域内污染源、监测区界线、国界、省界及县界、比例尺、指北针等。各种要素在图上标注的详细程度视图件比例尺大小而定。一般的基础图件比例尺越大,则标注的要素应越详细。省级的土壤环境质量调查基础底图比例尺应不小于1:25万,县级土壤环境质量调查基础底图比例尺应不小于1:5万。
- d) 如监测点位较少或监测区面积较小,可只制作点位环境质量评价图。

10 建立数据库

将各监测区域的取样点位、监测任务来源、相关污染源、污染历史、代表面积、监测数据、评价结果等导入数据库存档。

附录 A
(规范性附录)
各种记录表格

表 A.1

土壤及农副产品采样记录单

采样日期： 年 月 日 天气

共 页第 页

项目名称		受检单位	
采样地点		经度	纬度
土壤 采 样	土样编号	农副产品采样	
	采土深度	样品名称	
	土壤类型	样品编号	
	成土母质	采样部位	
地形地貌		主要农产品种类、播种面积、产量、所处生长期、生长情况等	
地下水位			
地力水平			
耕作制度			
灌溉水源、方式、灌水时间、用水量等		废水、废气、废渣污染历史及现状	
施用化肥、农药及其他化学品情况		农用固体废弃物污染	
现场采样记录		采样点位示意图	

校对人_____

记录人_____

采样人_____

表 A.5

标准溶液标定原始记录表

第 页

被标液名称	基准物(液)名称				天平编号	方法依据				
浓度, mol/L	浓度 C_s , mol/L				滴定管编号	标定日期			室温, °C	
重复号	1	2	3	4	空白 V_0	1	2	3	4	空白 V_0
基准物质量 m , g/ 标准液取用量 V_s , mL										
被标液消耗量 V , mL										
被标液浓度, mol/L										
平均值, mol/L										
相对极差, % ($\leq 0.2\%$)										
两人结果相对极差, %										
计算公式					最终确定浓度, mol/L					
备 注										

审核人:

复标人:

标定人:

表 A.6

标准溶液配制(稀释)原始记录表

配制日期： 年 月 日

第 页共 页

标准溶液或基准物质名称		浓(纯)度()		等级			
分子式		生产或研制单位		生产日期			
分子量		批(编)号		有效期			
简要配制操作过程				配制方法依据			
计算公式				温度			
				湿度			
原始标准或基准物质		折合目标元素		加入溶剂种类	定容体积 mL	新配标液浓度 ()	备注
名称	取用量 ()	折纯量 ()					

室主任_____

校核人_____

配制人_____

表 A.7

原子荧光分析原始记录表

分析日期 年 月 日

共 页第 页

样品名称		分析项目		方法依据				
仪器名称及编号								
测样地点		室温,℃		湿度,%				
还原剂		负高压,V		灯电流,mA				
屏蔽气流量,mL/min			载气流量,mL/min			加热温度,℃		
标准曲线	浓度 C,μg/L							
	荧光强度,I							
回归方程				相关系数				
计算公式				备注				
前处理及定容分取简要过程								
分析质量控制审核		校准曲线 合格 <input type="checkbox"/> 不合格 <input type="checkbox"/>		准确度 合格 <input type="checkbox"/> 不合格 <input type="checkbox"/>		精密度 合格 <input type="checkbox"/> 不合格 <input type="checkbox"/>		
样品编号	分析编号	取样量 mL	定容体积 mL	分取倍数	扣除空白荧光值	样品含量 mg/L	平均值 mg/L	相对标准差 %
备注								

室主任:
年 月 日

校核者:
年 月 日

分析者:
年 月 日

表 A. 8

原子吸收火焰法实验原始记录表

分析日期 年 月 日

共 页第 页

样品名称		分析项目		方法依据						
仪器名称	原子吸收分光光度计 SpectrAA 220FS YG-004/电子天平 AE240 YZ-001									
仪器条件	波长, nm		环境条件	检测地点	207 室					
	狭缝, nm			室温, °C						
	灯电流, mA			湿度, %						
	火焰类型	空气/乙炔								
前处理步骤简述										
标准曲线信息	浓度 C, mg/L									
	吸光度 A, Abs									
	回归方程				相关系数					
计算公式	$\omega = C \times V / m$				备注					
样品编号	分析编号	取样量 m ()	定容体积 V, mL	稀释倍数 D	吸光度 Abs	测定浓度 $C_0 \times D$ mg/L	扣除空白浓度 C mg/L	样品含量 ω ()	平均值 ()	相对偏差 %
备注										

室主任:

校核者:

分析者:

年 月 日

年 月 日

年 月 日

表 A.9

原子吸收石墨炉实验原始记录表

分析日期 年 月 日

共 页第 页

样品名称		分析项目		方法依据						
仪器名称	原子吸收分光光度计 SpectraAA 220Z YG-005/电子天平 AE240 YZ-001									
仪器条件	波长, nm		环境条件	检测地点	207 室					
	狭缝, nm									
	灰化温度, °C			室温, °C						
	原子化温度, °C									
	灯电流, mA					湿度, %				
前处理 步骤简述										
标准 曲线 信息	浓度 $C, \mu\text{g/L}$									
	吸光度 A, Abs									
	回归方程				相关系数					
计算公式		$\omega = C \times V / m$			备注					
样品 编号	分析 编号	取样量 m ()	定容体积 V mL	稀释 倍数 D	吸光度 Abs	测定浓度 $C_0 \times D$ $\mu\text{g/L}$	扣除空白 浓度 C $\mu\text{g/L}$	样品含量 ω ()	平均值 ()	相对偏差 %
备注										

室主任: 年 月 日 校核者: 年 月 日 分析者: 年 月 日

表 A. 16—1

气相色谱法测定有机磷类农药残留原始记录表

仪器条件

共 页第 页

样品名称				检测日期		
检测地点		室温, °C		湿度, %		
仪器名称编号						
色谱柱				检测依据		
检测器	柱室温度			升温速率 °C/min	达到温度 °C	保持时间 min
进样口温度				初始温度		
检测器温度				1		
定量方式				2		
载气 N ₂ mL/min				3		
燃气 H ₂ mL/min		助燃气 Air mL/min		提取液体积 V ₁ mL		
进样方式		分流比		分取体积 V ₂ mL		
定容体积 V ₃ mL		样品进样体积 V ₄ μL		标样进样体积 V ₅ , μL		
前处理步骤 概述						
计算公式	$\omega = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times A}{m \times V_2 \times V_4 \times A_s}$					
检测项目						
检测结果						
备 注						

室主任： 年 月 日

校核人： 年 月 日

检测人： 年 月 日

表 A. 16—3

气相色谱法测定有机磷类农药残留原始记录表

检测样品

共 页第 页

样品名称			
样品编号			
称样量 m, g			
计算使用标样谱图编号			
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述和计算公式见标准样品表。 计算公式中 A_s 为上述两个计算使用标样峰面积的平均值。		

室主任：
年 月 日

校核人：
年 月 日

检测人：
年 月 日

表 A. 16—4

气相色谱法测定有机磷类农药残留原始记录表

质控样品

共 页第 页

基质名称或基质样品编号			称样量 m, g			
质控样品编号						
计算使用标样谱图编号						
组分						
添加标样浓度 $C_T, mg/L$						
添加体积 V_6, mL						
质控添加浓度, mg/kg						
样品空白峰面积 A_{α}						
保留时间, min						
峰面积 A_{α}						
测定含量 $\omega, mg/kg$						
回收率 $R, \%$						
平均值, $\%$						
相对相差, $\%$						
组分						
添加标样浓度 $C_T, mg/L$						
添加体积 V_6, mL						
质控添加浓度, mg/kg						
样品空白峰面积 A_{α}						
保留时间, min						
峰面积 A_{α}						
测定含量 $\omega, mg/kg$						
回收率 $R, \%$						
平均值, $\%$						
相对相差, $\%$						
组分						
添加标样浓度 $C_T, mg/L$						
添加体积 V_6, mL						
质控添加浓度, mg/kg						
样品空白峰面积 A_{α}						
保留时间, min						
峰面积 A_{α}						
测定含量 $\omega, mg/kg$						
回收率 $R, \%$						
平均值, $\%$						
相对相差, $\%$						
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述见标准样品表。计算公式如下： $R = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times (A_{\alpha} - A_{\alpha'})}{C_T \times m \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times A_s} \times 100, \text{相对相差} = \frac{ \omega_1 - \omega_2 }{(\omega_1 + \omega_2) \div 2} \times 100$ 允许相对相差： $\leq 15\%$ 。					

室主任：

校核人：

检测人：

年 月 日

年 月 日

年 月 日

表 A. 17—1

液相色谱—荧光法测定氨基甲酸酯类农药残留原始记录表

仪器条件

共 页第 页

样品名称				检测日期		
检测地点		室温, °C		湿度, %		
仪器名称编号				检测依据		
色谱柱				检测器		
检测波长, nm				柱室温度	°C	
反应室温度	°C	流动相 及流速	时间 min	流动相		流速 mL/min
定量方式				水, %	甲醇, %	
NaOH 溶液流速 mL/min						
OPA 试剂流速 mL/min						
提取液体积 V ₁ mL						
分取体积 V ₂ mL						
定容体积 V ₃ mL				样品进样体积 V ₄ , μL		标样进样体积 V ₅ , μL
前处理步骤 概述						
计算公式	$\omega = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times A}{m \times V_2 \times V_4 \times A_s}$					
检测项目						
检测结果						
备 注						

室主任：
年 月 日

校核人：
年 月 日

检测人：
年 月 日

表 A.17—2

液相色谱—荧光法测定氨基甲酸酯类农药残留原始记录表

检测样品

共 页第 页

样品名称			
样品编号			
称样量 m, g			
计算使用标样谱图编号			
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述和计算公式见标准样品表。 计算公式中 A_s 为上述两个计算使用标样峰面积的平均值。		

室主任:

年 月 日

校核人:

年 月 日

检测人:

年 月 日

表 A. 17—4

液相色谱—荧光法测定氨基甲酸酯类农药残留原始记录表

质控样品

共 页第 页

基质名称或基质样品编号					称样量 m, g		
质控样品编号							
计算使用标样谱图编号							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, $\%$							
相对相差, $\%$							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, $\%$							
相对相差, $\%$							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, $\%$							
相对相差, $\%$							
备 注							

室主任：
年 月 日

校核人：
年 月 日

检测人：
年 月 日

表 A. 18—1

气相色谱—质谱联用法测定农药残留原始记录表

仪器条件

共 页第 页

样品名称				检测日期		
检测地点		室温, °C		湿度, %		
仪器名称编号				检测依据		
色谱柱				检测器		
进样口温度	柱室温度		初始温度	升温速率 °C/min	达到温度 °C	保持时间 min
离子源温度						
分析器温度						
传输区温度				1		
检测模式				2		
载气 He mL/min				3		
			4			
进样方式		分流比		提取液体积 V ₁ mL		
分取体积 V ₂ mL		定容体积 V ₃ mL		样品进样体积 V ₄ μL		
前处理步骤 概述						
检测项目						
检测结果						
标准溶液原始记录		标样谱图		号		
组分	质量浓度 C mg/L	保留时间 RT min	定量离子	峰面积	定性离子	最低检出限 mg/kg
标准溶液原始记录		标样谱图		号		
组分	质量浓度 C mg/L	保留时间 RT min	定量离子	峰面积	定性离子	最低检出限 mg/kg

室主任：
年 月 日

校核人：
年 月 日

检测人：
年 月 日

表 A. 18—2

气相色谱—质谱联用法测定农药残留原始记录表

检测样品

共 页第 页

样品名称			
样品编号			
称样量 m, g			
计算使用标样谱图编号			
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
	保留时间, min		
	样品峰面积 A		
	测定含量 $\omega, mg/kg$		
	平均值, mg/kg		
	相对相差, %		
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述和计算公式见标准样品表。 计算公式中 A_s 为上述两个计算使用标样峰面积的平均值。		

室主任:

校核人:

检测人:

年 月 日

年 月 日

年 月 日

表 A. 18—3

气相色谱—质谱联用法测定农药残留原始记录表

质控样品

共 页第 页

基质名称或基质样品编号			称样量 m, g		
质控样品编号					
计算使用标样谱图编号					
组分					
添加标样浓度 $C_T, mg/L$					
添加体积 V_6, mL					
质控添加浓度, mg/kg					
样品空白峰面积 A_{α}					
保留时间, min					
峰面积 A_{α}					
测定含量 $\omega, mg/kg$					
回收率 $R, \%$					
平均值, $\%$					
相对相差, $\%$					
组分					
添加标样浓度 $C_T, mg/L$					
添加体积 V_6, mL					
质控添加浓度, mg/kg					
样品空白峰面积 A_{α}					
保留时间, min					
峰面积 A_{α}					
测定含量 $\omega, mg/kg$					
回收率 $R, \%$					
平均值, $\%$					
相对相差, $\%$					
备 注	<p>环境条件、仪器条件、前处理步骤概述见标准样品表。计算公式如下：</p> $R = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times (A_{\alpha} - A_{\alpha'})}{C_T \times m \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times A_S} \times 100$ $\text{相对相差} = \frac{ \omega_1 - \omega_2 }{(\omega_1 + \omega_2) \div 2} \times 100$ <p>允许相对相差：$\leq 15\%$。</p>				

室主任：

校核人：

检测人：

年 月 日

年 月 日

年 月 日

表 A. 19—1

气相色谱法测定有机氯及拟除虫菊酯类农药残留原始记录表

仪器条件

共 页第 页

标样名称				检测日期		
检测地点	室温, °C	地点	湿度, %			
仪器名称编号						
色谱柱				检测依据		
检测器	柱室温度	升温速率 °C/min	达到温度 °C	保持时间 min	初始温度	
进样口温度						
检测器温度						
定量方式					1	
载气 N ₂ mL/min					2	
燃气 H ₂ mL/min	助燃气 Air mL/min	提取液体积 V ₁ mL				
进样方式	分流比, R	分取体积 V ₂ mL				
定容体积 V ₃ mL	样品进样体积 V ₄ μL	标样进样体积 V ₅ μL				
前处理步骤 概述						
计算公式	$\omega = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times A}{m \times V_2 \times V_4 \times A_s}$					
检测项目						
检测结果						
备注						

室主任:

年 月 日

校核人:

年 月 日

检测人:

年 月 日

表 A. 19—3

气相色谱法测定有机氯及拟除虫菊酯类农药残留原始记录表

检测样品

共 页第 页

样品名称				
样品编号				
称样量 m, g				
计算使用标样谱图编号				
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
	保留时间, min			
	样品峰面积 A			
	测定含量 $\omega, mg/kg$			
	平均值, mg/kg			
	相对相差, %			
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述和计算公式见标准样品表。 计算公式中 A_s 为上述两个计算使用标样峰面积的平均值。			

室主任:

年 月 日

校核人:

年 月 日

检测人:

年 月 日

表 A. 19—4

气相色谱法测定有机氯及拟除虫菊酯类农药残留原始记录表

质控样品

共 页第 页

基质名称或基质样品编号					称样量 m, g		
质控样品编号							
计算使用标样谱图编号							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, %							
相对相差, %							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, %							
相对相差, %							
组分							
添加标样浓度 $C_T, mg/L$							
添加体积 V_6, mL							
质控添加浓度, mg/kg							
样品空白峰面积 A_{α}							
保留时间, min							
峰面积 A_{α}							
测定含量 $\omega, mg/kg$							
回收率 $R, \%$							
平均值, %							
相对相差, %							
备 注	环境条件、仪器条件、前处理步骤概述见标准样品表。计算公式如下： $R = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times (A_{\alpha} - A_{\alpha'})}{C_T \times m \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times A_s} \times 100, \text{ 相对相差} = \frac{ \omega_1 - \omega_2 }{(\omega_1 + \omega_2) \div 2} \times 100$ 允许相对相差： $\leq 15\%$ 。						

室主任：

校核人：

检测人：

年 月 日

年 月 日

年 月 日

表 A. 20 农田土壤环境监测结果报表

单位为毫克每千克

序号	采样地点	采样时间 年月日	土壤类型	采样深度 cm	pH	铜	锌	铅	镉	镍	汞	砷	铬	六六六	滴滴涕	氯化物	硫化物	...	

表 A. 21 农田土壤环境监测结果统计表

单位为毫克每千克

地区	全区耕地面积 hm ²	全区监测耕地面积 hm ²	污染物	样本容量	测定范围	平均值	超标率 %