

# 第三次全国土壤普查 实验室内部质量控制



全国土壤普查办



农业农村部耕地质量监测保护中心

# 主要内容

---



前言



样品细制备



样品检测



质量监督检查



# 前言

## 《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范》(2023.02)

### 目次

1 范围.....	1 <sup>+</sup>	6 样品制备、保存与流转.....	8 <sup>+</sup>
2 规范性引用文件.....	1 <sup>+</sup>	6.1 总体要求.....	8 <sup>+</sup>
3 术语和定义.....	1 <sup>+</sup>	6.2 内部质量保证与质量控制.....	8 <sup>+</sup>
3.1 质量保证.....	1 <sup>+</sup>	6.3 外部质量监督检查.....	11 <sup>+</sup>
3.2 质量控制.....	1 <sup>+</sup>	7 样品检测.....	12 <sup>+</sup>
3.3 正确度.....	1 <sup>+</sup>	7.1 总体要求.....	12 <sup>+</sup>
3.4 精密度.....	1 <sup>+</sup>	7.2 内部质量保证与质量控制.....	12 <sup>+</sup>
3.5 系统误差.....	2 <sup>+</sup>	7.3 外部质量监督检查.....	17 <sup>+</sup>
3.6 随机误差.....	2 <sup>+</sup>	8 数据审核.....	19 <sup>+</sup>
3.7 密码平行样品.....	2 <sup>+</sup>	8.1 总体要求.....	19 <sup>+</sup>
3.8 质控样品.....	2 <sup>+</sup>	8.2 人员资质.....	19 <sup>+</sup>
4 总体原则.....	2 <sup>+</sup>	8.3 审核内容.....	19 <sup>+</sup>
4.1 方案制定.....	2 <sup>+</sup>	8.4 问题发现及处理.....	21 <sup>+</sup>
4.2 工作要求.....	2 <sup>+</sup>	8.5 有关要求.....	21 <sup>+</sup>
4.3 质量控制机制.....	2 <sup>+</sup>	附录 A 样品采集质量监督检查清单.....	23 <sup>+</sup>
4.4 质量控制工作报告.....	3 <sup>+</sup>	附录 B 样品制备、保存与流转质量监督检查清单.....	25 <sup>+</sup>
4.5 监督检查与纠正预防.....	4 <sup>+</sup>	附录 C 检测实验室内部质量控制电子数据填报记录.....	28 <sup>+</sup>
5 样品采集.....	4 <sup>+</sup>	附录 D 飞行检查/现场监督检查清单.....	31 <sup>+</sup>
5.1 总体要求.....	4 <sup>+</sup>		
5.2 内部质量保证与质量控制.....	4 <sup>+</sup>		
5.3 外部质量监督检查.....	6 <sup>+</sup>		



# 前言

## 《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范》(2023.02)

四级  
质量  
控制  
机制

内部质控

内部质量保证与质量控制

样品采集、制备、保存、流转和检测等任务  
承担单位

县级质量监督检查

县级土壤普查办

外部质控

省级质量监督检查

省级土壤普查办、省级质量控制实验室

国家级质量监督检查

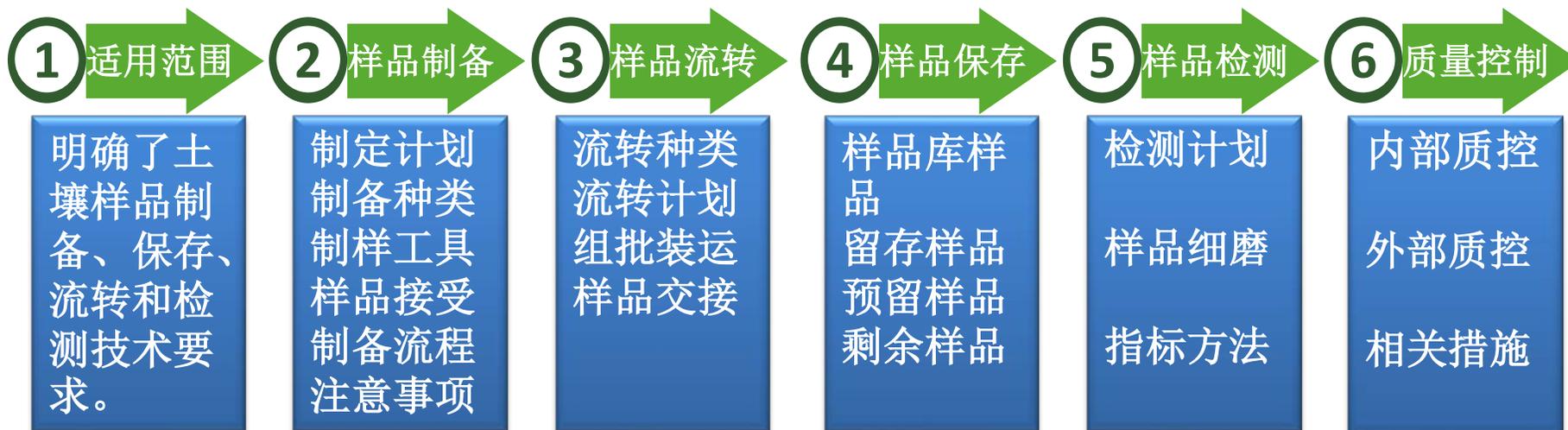
全国土壤普查办、国家级质量控制实验室

省级质量控制实验室：内部质量控制（留样抽检任务：细制备、检测、数据上报）  
外部质量控制（省级质量监督：监督检查、飞行检查、留样抽检等）



## 土壤样品制备与检测技术规范

第三次全国土壤普查  
土壤样品制备与检测技术规范



国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室  
2023年2月

**规范明确了三普土壤样品制备、流转、保存和检测技术要求。  
相关人员应仔细阅读学习规范要求并遵照执行。**

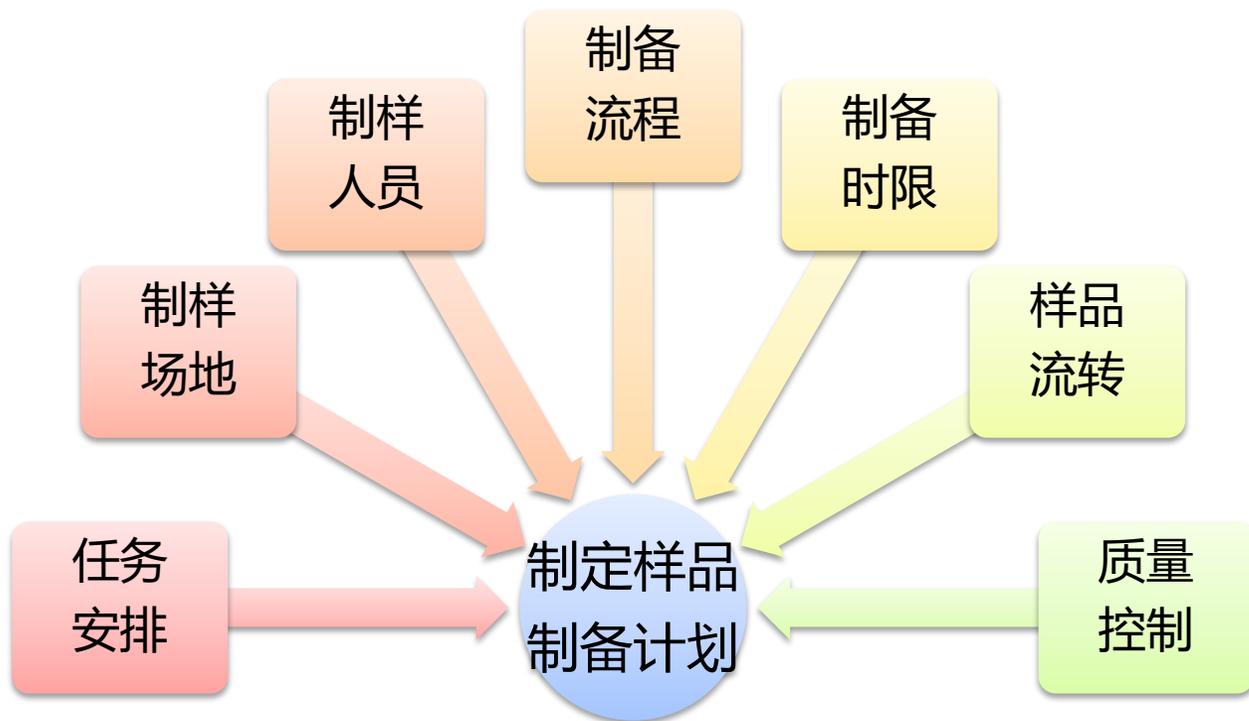
**明确了省级三普办、质控实验室、制备实验室、检测实验室的职能与任务、组织运行机制，各单位密切配合，各环节紧密衔接，遇到问题随时沟通解决。**

**二**

**样品细制备**

样品细磨时，要将样品全部倒出混匀后，再用四分法或多点取样法从过2mm孔径筛土样中根据检测参数分取样品量，并根据参数需求使细磨样品分别过0.25 mm、0.149 mm孔径筛。细磨有关环境和操作要求等按照6.2.2执行，细磨过程不同粒径样品必须从通过2 mm孔径筛的土样重新取样制备并全部过筛，严禁套筛；细磨过程样品编码始终保持一致。同时，现场填写制样记录（参见《土壤样品制备与检测技术规范》样品制备记录表）。

## 2.1 制定计划



## 注意事项

- 1、**统筹任务安排分工与进度。**根据样品类型，统筹制备和检测的能力，如仪器设备、人员数量、场地面积、日检测量等。
- 2、**联络沟通机制。**各单位、各环节固定联系人。
- 3、**制样人员明确，责任分工。**
- 4、**制备要求明确。**应根据不同检测参数的要求，明确制样方式和条件试验，填写样品制备记录表。
- 5、**制样质量要求，具体要求、出现问题的对策措施等，工作纪律。**

## 2.2样品接收

提前约定  
送样时间

**指定专人接收样品。**

**务必每个样品逐一核查无误。**

**重点检查：**

**样品编号、样品状况、重量、数量、包装情况有无异常或不符合规定要求。**

核准每个参数的检测方法。

**问题处理：**发现样品破损、重量不足、信息不全、标签损坏等，不予接收，及时与送样单位联系。



## 2.3 制样场地

包括风干室和制样室

## (1) 风干室

**规范要求：**风干室应通风良好、整洁、温湿度适宜、远离易挥发性化学物质，并避免阳光直射。高湿地区地区安装除湿设施。

- 1、避免样品交叉污染，**物理隔离措施**；
- 2、**温、湿度控制**，**安装除湿设施**尤其是南方、沿海地区；
- 3、样品**标签与样品妥善放置**，避免损坏、交叉错位等；
- 4、风干室，**避免通风将标签吹跑/混淆**、灰尘等影响。
- 5、专人日常监督。



防止交叉  
污染

## 2.3 制样场地

## (2) 制样室

## 规范要求:

应通风良好; 每个工位适当  
隔离, 避免交叉污染, 有**视频监控**;

全程摄像、随时接受**远程实时检查**;

记录保存不少于1年。



来自国家“三普办”培训材料

监控视频能**清晰、完整**的**同步在线或视频复现**制样全过程, 确保信息可追溯。

记录信息完整, 制样时间、地点、人员、设备等信息。

**定期检查**视频监控设备、存储设备, 确保处于正常工作。避免**“有录无存”**、**“看背影”**。

## 2.4 制样工具

数量：足量的工具。

材质：避免使用含有待测组分或对测试有干扰的材料制成的样品制备工具和包装材料。

清洗：每制备完成一个样品后，应确保设备清洁干净，避免交叉污染。

- 1、**不使用金属筛**，避免引入金属成分，同时注意孔径规格。
- 2、碾碎样品时过0.149mm筛供全磷等全量养分、金属元素等指标检测**玛瑙材料**工具。

## 2.5 制样人员

设立制样小组：实验室确定若干制样小组，每组1名质量检查员。

人员要求：制样小组组长、质量检查员需通过国家或省级土壤普查办统一组织质控培训，取得培训合格证；其他人员至少需经内部培训上岗，并保留培训记录。

## 2.6 样品制备

pH、有效态、水解性酸度、水溶性盐、交换性项目、阳离子交换量、机械组成等测定采用**2mm**样品，可直接取样分析。

通过2mm筛土壤样品，**四分法/多点取样**分取**约25g**（根据参数确定），细磨，**全部**通过**0.25mm**筛（60目）。

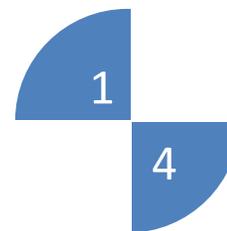
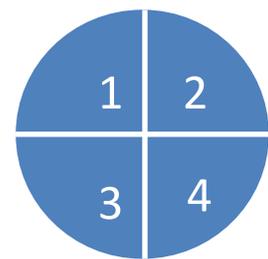
有机质、全氮、碳酸钙、游离铁测定

通过2mm筛土壤样品，**四分法/多点取样**分取**约25g**（根据参数确定），用玛瑙研钵、玛瑙球磨机细磨，**全部**通过**0.149mm**筛（100目）。

全P、K、S、B等  
全量成分、  
重金属测定

## 注意事项

- 1、样品制备过程应确保样品的均匀性和代表性，四分法取样。**严禁套筛。**
- 2、样品风干、磨细、分装过程中样品编码必须始终保持一致。
- 3、土壤有机质等测定样品**不能研得太细（如球磨机）**，研得过细，使分析结果偏高。
- 4、制样所用工具每处理完1份样品后需清洗干净，避免交叉污染。
- 5、细制备也要尽可能留副样，同时样品制备时填写样品制备记录表。



四分法取样

## 2.7 注意事项

制样**前**

- ✓ **专人**清点、核对样品数量、编号、确保无误；
- ✓ 取出待制备样品，**建立编号对照表**，**下达任务**、制样要求、完成时限等。

制样**中**

- ✓ 核对样品数量、制样要求等信息； ✓ **样品袋、标签随样品走**，防止混淆、丢失；
- ✓ 制备环节，按照流程执行，规范操作。制样工具均需要清洗/清理，包括样品筛、制样木板、台面。

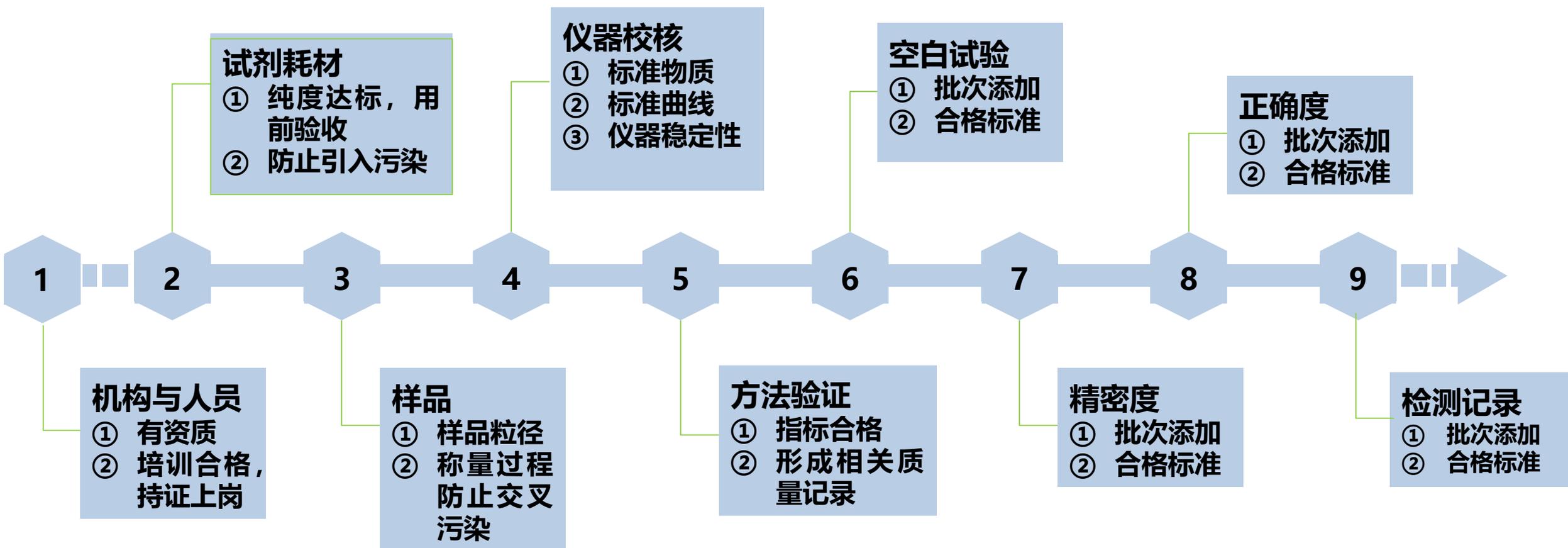
制样**后**

- ✓ **核对制样数量、重量、包装等**，与制样要求一致；**清点无误**。



**三**

**样品检测（留样抽检）**



### 3.1 机构与人员

**机构：**依据《检验检测机构资质认定管理办法》《检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求》《检测和校准实验室能力的通用要求》等，建立并实施质量管理体系，及时发现和预见问题，有针对性地采取纠正和预防措施。

- 1、技术管理是检验检测工作的主线，质量管理是技术管理的保证，行政管理是技术管理资源的保障。
- 2、人、机、料、法、环、测

**人员：**所有参与土壤三普任务的检测实验室**主要技术负责人、技术骨干、检测人员及质量检查人员（质量控制人员）**等均需通过全国土壤普查办或省级土壤普查办统一组织的技术培训，取得培训合格证，证书与工作平台关联，建立质量追溯体系。

人员的培训、监督、授权和能力监控，持证上岗。

## 3.2 仪器设备和试剂溶液

**仪器设备：**配备数量充足、技术指标符合检测任务要求且完好的仪器设备设施。对检测结果准确性或有效性有影响，或计量溯源性有要求的仪器设备，投入使用前应计量检定或校准，并保持其在有效期内使用。辅助仪器设备应进行功能核查。

- 1、数量充足：包括辅助设备
- 2、性能指标满足要求：检定/校准的确认+辅助设备的功能核查
- 3、尤其要关注租赁设备

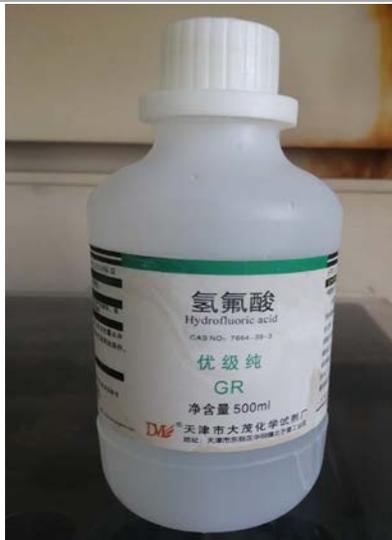
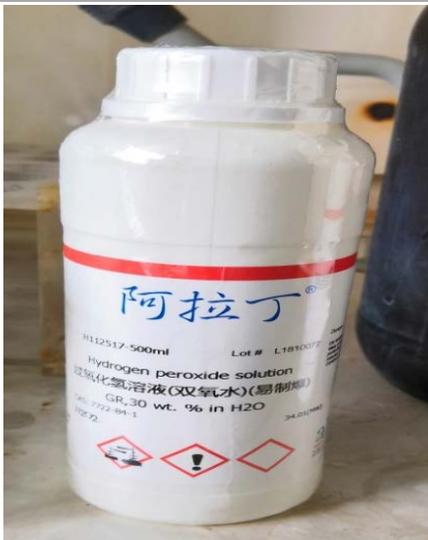
**试剂溶液：**所用质控样品和化学试剂等应符合相关检测标准要求且在有效期限内。质控样品应能溯源到标准物质（或参比物质）。化学试剂有专人负责，严格按照相关规定加强安全管理。

- 1、质控样品的选择：尽可能选择基质质控样且种类尽可能多。不同检测项目选择的依据有所不同。
- 2、试剂耗材的质量验收：化学试剂（不同批次分别验收）、常用耗材。
- 3、样品量和试剂耗材的匹配。

## 3.2 仪器设备和试剂溶液

## 消解试剂使用前验收

- ① 硝酸、氢氟酸、高氯酸等一般优级纯以上；
- ② 每种试剂的单独验收，避免单一试剂空白过高，或更换处理；
- ③ 按照实验流程，全程空白的试剂验收，累加效应验收；确保实验空白不影响目标物的检测。比如Cr, Pb。

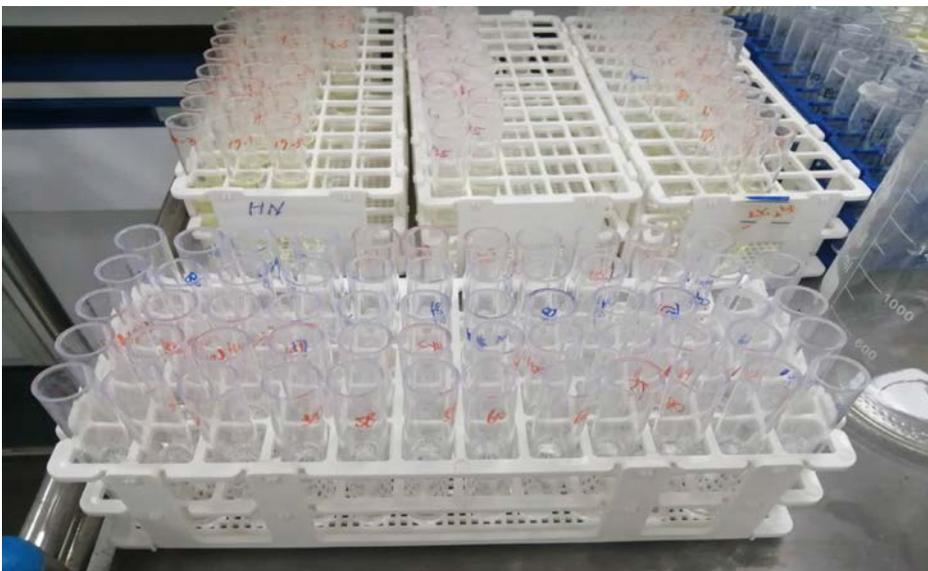


酸和容器都是关键因素，直接影响实验空白和检测下限

## 3.2 仪器设备和试剂溶液

## 器具清洗

- ① 鉴别排除：可抽取部分玻璃器皿（包括新购置玻璃器皿、消解试管），用5%硝酸浸泡12h，然后作为样品上机测试相关元素。确保实验器皿不影响检测。Pb、Cr、Hg等。
- ② 消解试管消解样品后，先清洗，再加入5~8mL硝酸150~200°C**消煮**试管1~2h，清洗备用。容量瓶等玻璃器皿用可用50%硝酸浸泡24h以上，洗净备用。不要泡酸缸，易引起交叉污染。



条件允许情况下，  
使用不会引入干扰  
的一次性耗材

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/905342331211011100>