

# 第三次全国土壤普查全程 质量控制技术规范 (修订版)

执笔人：马常宝 谢建华 郑磊 李荣 任意  
曲潇琳 苏世鸣 李昆 汪洪 徐亚平  
毛雪飞 李寒 李文西 王秋彬 刘潇威  
陈守伦 杨帆 赵玉国 习斌 王新宇  
龚鑫鑫 邵华 孙笑梅 石孝均 吴华勇  
薛思远 贾伟 雷雅杰

国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室

2023年2月

## 目 次

1	适用范围 .....	255
2	规范性引用文件 .....	255
3	术语和定义 .....	255
3.1	质量保证 .....	255
3.2	质量控制 .....	255
3.3	正确度 .....	255
3.4	精密度 .....	255
3.5	系统误差 .....	255
3.6	随机误差 .....	255
3.7	密码平行样品 .....	255
3.8	质控样品 .....	256
4	总体原则 .....	256
4.1	方案制定 .....	256
4.2	工作要求 .....	256
4.3	质量控制机制 .....	256
4.4	质量控制工作报告 .....	257
4.5	监督检查与纠正预防 .....	257
5	样品采集 .....	257
5.1	总体要求 .....	257
5.2	内部质量保证与质量控制 .....	258
5.3	外部质量监督检查 .....	259
6	样品制备、保存与流转 .....	261
6.1	总体要求 .....	261
6.2	内部质量保证与质量控制 .....	261
6.3	外部质量监督检查 .....	263
7	样品检测 .....	264
7.1	总体要求 .....	264
7.2	内部质量保证与质量控制 .....	264
7.3	外部质量监督检查 .....	267
8	数据审核 .....	269
8.1	总体要求 .....	269
8.2	人员资质 .....	269
8.3	审核内容 .....	269
8.4	问题发现及处理 .....	271
8.5	有关要求 .....	271
附录 A (资料性)	样品采集质量监督检查清单 .....	272
附录 B (资料性)	样品制备、保存与流转质量监督检查清单 .....	273
附录 C (资料性)	检测实验室内部质量控制电子数据填报记录 .....	275
附录 D (资料性)	飞行检查/现场监督检查清单 .....	277

## 1 适用范围

本规范规定了第三次全国土壤普查（以下简称“土壤三普”）全过程质量管理的基本要求。

本规范适用于土壤三普样品的采集、制备、保存、流转、检测、数据审核等过程的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规范必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本规范；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

RB/T 214—2017 《检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求》

JJF 1001—2011 《通用计量术语及定义》

GB/T 27025—2019 《检测和校准实验室能力的通用要求》

《野外土壤描述与采样手册》

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 质量保证

为达到土壤普查目标，保证土壤普查数据、文字、图件、数据库、样品库等准确可靠所采取的措施和活动，强调土壤普查过程的全面质量管理。质量保证所确定的质量标准、质量控制活动等，是质量控制活动执行的指导和依据。

### 3.2 质量控制

对土壤普查活动相关产出进行跟踪、记录和评价的活动，以确定被评价对象是否符合土壤普查相关质量标准的要求。质量控制结果会促进后续质量保证标准、控制流程的优化。

### 3.3 正确度

指无穷多次重复测量所得量值的平均值与一个参考量值间的一致程度。

### 3.4 精密度

在规定条件下，对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得值间的一致程度。

### 3.5 系统误差

在重复测量中保持不变或按可预见方式变化的测量误差的分量。

### 3.6 随机误差

在重复测量中按不可预见方式变化的测量误差的分量。

### 3.7 密码平行样品

利用土壤三普指定点位增加采集样品量的方式，将指定点位土壤样品制成平行样品作为外部质量

控制样品，用于评价实验室检测的精密度，以控制随机误差。

### 3.8 质控样品

质控样品是一种理化性质和组成足够均匀稳定、已确定定值的标准物质（或参比物质），用于外部质量控制、评价实验室检测的正确度，以控制系统误差。

## 4 总体原则

### 4.1 方案制定

各省级第三次全国土壤普查领导小组办公室（以下简称“省级土壤普查办”）根据省级土壤三普实施方案和本规范牵头制定省级土壤三普质量控制实施方案。县级第三次全国土壤普查领导小组办公室（以下简称“县级土壤普查办”）根据省级土壤三普实施方案、本规范和省级质量控制实施方案，制定实施县级质量控制方案。各任务承担单位根据本规范和省级、县级土壤普查办质量控制方案，制定实施质量控制方案。

### 4.2 工作要求

土壤三普遵循“五靠”质量控制工作要求，即各级土壤普查办通过落实技术规程规范、明确作业人员资质要求、强化专家技术指导、实施工作平台全程管控、加强外部质量监督抽查等，全流程、各环节组织抓好全程质量控制工作。

### 4.3 质量控制机制

#### 4.3.1 工作流程

土壤三普实施四级质量控制机制，即单位内部质量保证与质量控制、县级质量监督检查、省级质量监督检查和国家级质量监督检查。其中县级质量监督检查、省级质量监督检查和国家级质量监督检查统称为外部质量监督检查。全程质量控制具体工作流程见图1。

#### 4.3.2 单位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负责相应环节的内部质量保证与质量控制。按照本规范，制定单位内部质量保证与质量控制方案、完善内部质量管理制度、落实质量控制人员和资质要求、实施质量控制、开展人员培训监督等。同时，自觉接受县级、省级和国家级外部质量监督检查，从严落实全过程质量控制措施。

#### 4.3.3 县级质量监督检查

县级土壤普查办通过组织专家或专业技术人员，开展县级外业调查采样质量监督检查；组织专家或专业技术人员对于本区域年度内业测试化验数据进行审核。县级质量控制和监督检查工作需自觉接受省级、国家级工作指导和监督检查。

#### 4.3.4 省级质量监督检查

省级土壤普查办通过组建专家组，负责本区域内样品采集、数据审核环节质量控制；确定省级质量控制实验室并组织有关专家，负责本区域样品制备、保存、流转、检测等环节质量控制。省级质量控制和监督检查工作需自觉接受国家级工作指导，同时对县级质量控制和监督检查工作提供指导并进行监督检查。

#### 4.3.5 国家级质量监督检查

国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室（以下简称“全国土壤普查办”）通过组建专家组，负责全国样品采集、数据审核环节质量控制；确定国家级质量控制实验室并组织有关专家，负责全国样品制备、保存、流转、检测等环节质量控制。国家级需对县级、省级质量控制和监督检查工作提供

指导并进行监督检查。



图1 全程质量控制工作流程

#### 4.4 质量控制工作报告

承担土壤三普样品采集、制备、保存、流转、检测等任务有关单位应在完成工作任务时，分别提交工作质量自评报告。县级土壤普查办向省级土壤普查办提交县级质量保证与质量控制报告。省级土壤普查办负责编制省级质量保证与质量控制报告（含省级质量控制实验室质量监督检查工作报告），并及时提交给全国土壤普查办。全国土壤普查办负责编制全国质量保证与质量控制报告（含国家级质量控制实验室质量监督检查工作报告）。

#### 4.5 监督检查与纠正预防

县级、省级、国家级质量监督检查人员应客观、公正地开展土壤三普质量检查工作，如实记录检查工作情况。对质量检查中发现的不符合要求的情况，应及时向被检查单位和有关责任人员指出，被检查单位和有关责任人员应及时采取纠正和预防控制措施。

## 5 样品采集

### 5.1 总体要求

各地根据样品采集实际需要，按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》要求组建外业调查队。外业调查队严格按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》《野外土壤描述与采样手册》和本规范开展外业调查采样工作，并做好内部质量保证与质量控制；县级土壤普查办、省级土壤普查办和全国土壤普查办严格按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》和本

规范开展外部质量监督检查。

## 5.2 内部质量保证与质量控制

### 5.2.1 内部质量控制关键点

- (1) 电子围栏应用和采样点位准确定位情况。
- (2) 土壤样品采集、有关指标现场土壤测定等技术规范操作情况。
- (3) 样点所在地块农户种植制度、农作管理等调查信息准确记载情况。
- (4) 土壤样品封装、保存、信息上传等规范操作情况。
- (5) 自觉接受县级、省级和国家级外部质量监督检查。

### 5.2.2 单位及人员资质要求

外业调查队需熟悉土壤采样工作。技术领队需具备土壤学专业背景，负责外业调查采样工作质量；质量检查员负责对外业调查队工作开展质量检查。外业调查队质量检查人员需通过全国土壤普查办或省级土壤普查办统一组织的全程质量控制技术培训，并取得培训合格证，证书与第三次全国土壤普查工作平台（以下简称“工作平台”）关联，建立质量追溯体系。其他人员至少需经内部培训方可上岗，并保留培训记录。

### 5.2.3 采样质控实施方案

外业调查队根据县级土壤普查办采样计划和质控计划，制定采样质控实施方案，并报县级土壤普查办审核备案。

### 5.2.4 采样点位

#### 5.2.4.1 点位确认

(1) 外业调查队按照外业采样终端设备指示，到达采样点电子围栏范围内进行局地代表性核查，确定符合要求后选择合适采样位置采样。

(2) 若电子围栏范围内不具备采样条件，需按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》调整要求，根据情况选择符合条件替代点，进行样点现场调整和调查采样，并及时提交现场调整原因、现场照片及变更后的点位调查信息等。

(3) 剖面样点需按照最大代表性原则和土地利用主导性原则确定。

#### 5.2.4.2 点位信息

(1) 按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》开展采样点成土环境和土壤利用调查，通过外业采样终端设备填报样点基本信息、自然成土环境信息、土壤利用和人为影响情况等，采集上传景观和工作照片。

(2) 景观照片。拍摄东、南、西、北4个方向，着重体现样点地形地貌、植被景观、土地利用类型、地表特征、农田设施等特征，融合近景、远景。

(3) 技术领队现场工作照（体现技术领队和采样工具）、混样点照（每个混样点至少1张，体现取样深度）、土壤混合样品采集照（体现样品混匀）、容重和水稳性大团聚体样品照片、土壤剖面照片（标准剖面照、局部特写照片等）等采集数量和内容要符合《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》要求。

### 5.2.5 样品采集工作要求

#### 5.2.5.1 采样工具

配备符合要求的采样工具、包装材料和辅助材料等。采样时，如果使用对待测组分有干扰的采样金属器具，在混合样品之前需将样品与金属器具接触部分进行剥离。

#### 5.2.5.2 采样要求

按照《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》等要求，科学采集符合数量、重量、层次或深度要求的表层土壤样品、剖面土壤样品、水稳性大团聚体样品和水样（盐碱土剖面样点的地下水样和灌溉水样）等。

对照本规范，检查样品采集是否符合要求，判断土样是否沾污，检查剖面观察面方向、剖面深度、剖面发生层划分及命名、剖面形态观察与记载、剖面发生层样品采集、剖面纸盒样品采集、整段标本采集等是否符合要求。如发现问题，及时采取补救或更正措施。

#### 5.2.5.3 样品标识

样品按照土地利用类型（耕地、园地、林地、草地等）和样品类型（表层土壤样品、剖面土壤样品、水稳性大团聚体样品、容重样品等），分类包装组批并明确标识。检查样品标识是否符合要求，标签是否清晰、内外标签是否齐全、内容是否完整。水稳性大团聚体样品、剖面整段土壤标本和纸盒土壤标本样品要在运输过程中保证完整性，避免挤压颠簸造成原状样本破碎。如发现问题，及时采取补救或更正措施。

#### 5.2.6 样品暂存与流转

样品采集后应及时按要求流转至承担样品制备任务的检测实验室。样品采集后、流转前应妥善暂存于室内，保持室内通风良好、整洁、温湿度条件适宜，远离易挥发性化学物质，并避免阳光直射；如果样品含水量高，外业调查队需要对土壤样品进行风干后再流转，避免样品发霉、交叉污染。如果是水稳性大团聚体样品，需按照样品制备有关要求进行简单前处理。

外业调查队要指定专人负责流转组批后的耕地园地表层样品、林地草地表层样品、耕地园地剖面样品、林地草地剖面样品和水稳性大团聚体样品至承担样品制备任务的检测实验室，水样流转至省级质量控制实验室，容重样品由县级土壤普查办安排测试。

#### 5.2.7 质控要求

外业调查队上传的采样信息应经质量检查员 100% 检查。重点对采样位置偏移电子围栏的点位信息开展检查。

质量检查员和县级质控人员检查确认后，通过外业采样终端设备将采样信息统一上传到土壤普查工作平台。

#### 5.2.8 问题与处理

外业调查队发现调查信息填写不准确，应立即修改完善；发现存在采样方法（含密码平行样未按要求取样）、采样深度、采样数量和重量不符合要求，或样品沾污等质量问题的样品，应自觉重新采集发现问题的样品。

### 5.3 外部质量监督检查

#### 5.3.1 基本要求

外部质量检查分别由县级、省级、全国土壤普查办组织实施，采取资料检查与现场检查（视频检查）方式开展，由野外工作经验丰富、熟悉土壤学等专业知识的专家或专业技术人员实施。

#### 5.3.2 资料检查

##### 5.3.2.1 检查重点

资料检查重点对上传到土壤普查工作平台上的样点信息、记录等进行检查。

##### 5.3.2.2 检查内容

(1) 采样点位检查：样点符合性、样点位移情况。

(2) 采样记录和照片检查：记录填写内容的完整性和正确性，景观照片、剖面照片和工作照片等是否齐全清晰等。

(3) 采样环节自查情况检查：外业调查队自查确认信息。

##### 5.3.2.3 检查要求

县级土壤普查办组织专家或专业技术人员对外业调查队上传的文件资料开展 100% 质量监督检查和审核确认。省级土壤普查办组织专家对县级审核确认的文件资料开展 100% 质量监督检查和审核确认。全国土壤普查办组织专家对省级审核确认文件资料开展检查，检查量应不低于全国年度采样任务的 2% 样点的所有外业调查信息，重点检查位置发生明显偏移电子围栏范围采样点的文件资料，以及

省级质量监督检查中发现存在问题的采样点资料。

### 5.3.3 现场检查

#### 5.3.3.1 检查重点

现场检查采取与专家技术指导服务相结合的方式开展，覆盖外业调查采样全过程。

#### 5.3.3.2 检查内容

(1) 采样点检查：采样点的代表性与符合性、采样位置的正确性等；剖面点位、深度、观察面方向等。

(2) 采样方法检查：单点采样、多点混合采样等操作，采样深度、采样工具和辅助材料（避免采样过程交叉污染）等符合性；表层土壤混合样品采集、表层土壤容重样品采集、表层土壤水稳性大团聚体样品采集、剖面发生层样品采集、剖面纸盒标本采集、整段标本采集等操作。

(3) 采样记录检查：成土环境和土壤利用调查信息、剖面形态观察与记载信息、样品信息、工作信息等。

(4) 样品检查：样品标签、样品重量和数量、样品包装、样品防沾污措施等。

(5) 已采样品暂存检查：场所、环境、容器、通风条件、样品状态（是否发霉、交叉污染）等。

(6) 样品交接检查：样品交接程序、土壤样品交接记录表填写是否规范、完整等，适用于现场检查过程中外业调查队有开展流转工作的情况。

(7) 样品包装及运输检查：土壤样品运输箱、装运记录等，适用于现场检查过程中外业调查队有开展流转工作的情况。

#### 5.3.4 视频检查

如果特殊原因无法实地开展现场检查，则通过视频连线方式进行检查，检查内容与要求同现场检查。

#### 5.3.5 检查要求

县级土壤普查办组织野外工作经验丰富、熟悉土壤学等专业知识的专家或专业技术人员参与现场检查，每个外业调查队至少要有1位专家或专业技术人员全程跟踪开展现场检查工作，现场检查覆盖100%采样点。省级土壤普查办组织专家开展现场检查应不低于本区域内年度采样任务的5‰样点，覆盖所有实施县市区，每个检查组由省级专家组成员带队，不少于3人。全国土壤普查办组织专家开展现场检查不低于全国年度采样任务的1‰样点，检查工作覆盖所有省（区、市），每个检查组由国家级专家组成员带队，不少于3人。

样点抽取要尽可能全覆盖承担所在区域外业采样任务的外业调查队，同时兼顾区域内不同土地利用类型的样点比例，确保抽取样点分布合理；剖面样点要优先选择目标区域内最具代表性的土壤类型开展检查。重点针对文件资料检查时发现严重问题的外业调查队、下级质量监督检查中发现严重问题的外业调查队等开展现场检查。

现场检查要在外业调查采样工作期同步启动实施，特别是省级、全国土壤普查办要将外部质量监督检查、技术指导等工作有机结合，建立“随时发现问题、随时解决问题”的工作机制。

#### 5.3.6 问题发现与处理

对于资料检查中发现的问题，县级专家或专业技术人员审核后通过工作平台反馈给外业调查队，直接修改完善；省级和国家资料检查中发现问题的点位，经责任专家审核后通过工作平台质量控制模块将检查意见反馈省级土壤普查办，由省级土壤普查办负责组织问题整改。整改后的样点资料需经县级、省级土壤普查办逐级审核后再次上传到工作平台，由责任专家检查确认直至合格。

对于县级、省级、国家级现场检查中发现的问题，应及时向有关责任人指出，并根据问题的严重程度责令其采取适当的纠正和预防措施。对于发现严重问题采样点位，可要求外业调查队重新采样，并更正文件资料信息，同时需要对点位更正信息进行跟踪检查。

对于各级质量监督检查中发现的问题，外业调查队要及时对问题进行整改，并按要求向县级土壤普查办提交工作质量自评报告（含整改说明）。对于发现外业调查队采样工作存在的共性问题，县



级、省级土壤普查办应加强人员培训和质量监督检查力度等，建立健全样品采集环节质量监督检查长效机制。

### 5.3.7 其他要求

样品采集环节质量监督检查清单见附录 A，专家依托工作平台进行资料检查，利用质量控制 App 在外业现场开展现场检查（检查记录内置质量控制 App），检查过程工作平台全程跟踪记录。

## 6 样品制备、保存与流转

### 6.1 总体要求

样品制备实验室等单位要严格按照《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》和本规范开展样品制备、保存和流转等工作，开展内部质量保证与质量控制；省级、全国土壤普查办分别组织省级、国家级质量控制实验室等开展外部质量监督检查等。

### 6.2 内部质量保证与质量控制

#### 6.2.1 内部质量控制关键点

- (1) 土壤样品接收、制备、保存、流转等技术规范操作情况。
- (2) 工位监控设备安装和正常运行情况。
- (3) 自觉接受省级和国家级外部质量监督检查。

#### 6.2.2 样品制备

##### 6.2.2.1 单位及人员资质要求

承担样品制备、检测任务的实验室应具备《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》中要求的相关能力和条件。实验室确定若干制样小组，每个制样小组确定 1 名样品制备质量检查员负责样品制备质量检查工作。每个制样小组组长、质量检查员需通过全国土壤普查办或省级土壤普查办统一组织的全程质量控制技术培训，取得培训合格证，证书与工作平台关联，建立质量追溯体系。其他人员至少需经内部培训上岗，并保留培训记录。

##### 6.2.2.2 制样方案

承担样品制备任务的实验室应按照省级土壤普查办制定的本省（区、市）样品制备计划及时制定本单位年度样品制备实施方案。

##### 6.2.2.3 制样场地

满足土壤样品制备的场地要求。应分设相应面积的风干室和样品制备室。

风干室应通风良好、整洁、温湿度条件适宜，远离易挥发性化学物质，并避免阳光直射。高湿地区根据需要安装除湿设施。

样品制备室应通风良好，每个制样工位应做适当隔离，避免交叉污染；应具备互联网络条件，每个工位安装在线全方位监控摄像头，确保每个工位在工作时可以随时接受远程实时检查，样品制备过程全程摄像并保存记录不少于 1 年。

##### 6.2.2.4 制样工具

应具备足量的符合样品制备要求的工具，应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容器。每制备完成一个样品后，应确保设备清洁干净，避免制样过程的交叉污染。

##### 6.2.2.5 样品接收

实验室接收样品时，要指定专人负责样品接收确认，重点检查样品标签、样品状况、样品重量、样品数量、样品包装情况等，样品重量应满足风干后土壤样品库样品和粗磨后留存样品、送检样品等要求，如发现破损、重量不足、样品信息不全等情况不予接收，并及时报告省级土壤普查办。

#### 6.2.2.6 制备流程

样品风干、研磨、筛分、混匀、缩分、分装等过程符合技术要求和样品重量要求，制备过程每个环节应充分混匀样品。

#### 6.2.2.7 有关要求

(1) 样品风干、粗磨、分装过程中，样品编码必须始终保持一致。

(2) 制备过程中应保证样品充分混匀，样品全部过筛，损失率不高于10%，并有详细制样记录。

(3) 质量检查员可通过实地、在线监控对制样工作进行实时检查，检查样品编码一致、标识清晰、信息完整等情况，制样内部质量检查应覆盖制样全部样品、全周期、全工作过程，同时核查土壤样品制备记录表，做好检查记录。

(4) 样品制备信息经质量检查员检查确认后，及时上报工作平台。

### 6.2.3 样品保存

#### 6.2.3.1 人员资质

负责土壤三普样品制备、流转、保存和检测的单位应配备样品管理员。样品管理员应经过培训或能力确认，并保留相应的培训和能力确认记录。

#### 6.2.3.2 样品保存状态和时间

承担样品制备任务的检测实验室，对留存样品进行保存；对流转之前的土壤样品库样品、送检样品进行暂存。其中，土壤样品库样品为风干后原状土壤样品，留存样品和送检样品为风干后粗磨的土壤样品。检测实验室对待测样品进行暂存，对预留样品和剩余样品进行保存。具体按土壤样品库建设规范要求执行。

#### 6.2.3.3 保存场所

土壤样品保存场所应保持干燥、通风、无阳光直射、无污染。应有环境条件视频监控设备、样品存放区域的空间标识和样品编号的检索引导。

#### 6.2.3.4 样品管理

样品管理员定期对保存样品（留存样品、预留样品、剩余样品等）的状态（标签清晰、重量和数量、样品粒度、包装容器等）、环境条件和出入库等进行检查并记录，并定期检查暂存样品情况，及时发现问题并采取纠正和预防措施。

### 6.2.4 样品流转

(1) 样品制备实验室按照有关样品状态、数量等要求将样品流转到检测实验室、质量控制实验室和土壤样品库等。

(2) 收样单位（检测实验室、质量控制实验室等）在样品交接过程中，应对接收样品的质量状况进行检查，检查内容主要包括：样品标签、重量、数量、状态、包装容器、样品应送达时限、送样人等。

(3) 在样品交接过程，收样单位如发现送交样品有下列严重质量问题，应拒收样品，并及时通知省级质量控制实验室。①样品无编号、编号混乱或有重号。②样品在运输过程中受到破损或沾污。③样品状态不符合规定要求。④样品类型、重量或数量不符合规定要求。

样品经验收合格后，送样人、收样人均在土壤样品交接记录表上（参见《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》）签字，双方各执一份。

### 6.2.5 有关要求

(1) 在表层样品流转到检测实验室前，省级质量控制实验室负责加入密码平行样品和质控样品，并进行样品转码；在土壤剖面样品流转前，省级质量控制实验室负责加入密码平行样品和质控样品，并进行转码；在水稳性大团聚体样品流转前，省级质量控制实验室负责加入密码平行样品，并进行转码。

(2) 土壤样品按照耕地园地表层样品、耕地园地剖面样品、林地草地表层样品、林地草地剖面样品和水稳性大团聚体样品，分别组批进行流转。

### 6.2.6 问题发现与处理

样品制备、保存和流转环节质量保证工作中发现的问题，各单位应及时采取预防和纠正措施，并报省级质量控制实验室。

## 6.3 外部质量监督检查

### 6.3.1 基本要求

在样品制备、保存和流转环节开展质量保证工作基础上，国家级和省级质量控制实验室开展质量监督检查。

### 6.3.2 样品制备

(1) 制样人员资质检查：是否通过专业培训，取得培训合格证。

(2) 制样场地检查：监控设备、环境条件、防污染措施是否符合要求。

(3) 制样工具检查：磨样设备、样品筛、辅助制样工具等是否符合要求（防污染）、齐全、完好，分装容器材质规格是否满足技术要求，磨样设备是否正常运转和定期维护，制样工具在每个样品制备完成后是否及时清洁。

(4) 制样流程检查：样品风干、研磨、筛分、混匀、缩分、分装过程是否规范，通过实地或监控视频检查的方式，不定期检查制样工作质量。

(5) 已加工样品检查：样品标签、样品重量和数量、样品粒径、样品包装和暂存是否规范，留存样品保存条件是否规范。

(6) 制样原始记录检查：制样实施方案；样品接收记录；监控记录的完整性；样品制备记录表填写内容完整性、准确性、真实性、原始性等。

(7) 制样自检信息检查：通过工作平台中提交的制样信息（参见《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》样品制备记录表）等进行检查。

### 6.3.3 样品保存

(1) 人员资质：检查样品管理员是否有培训或能力确认记录等。

(2) 保存场所和条件：检查样品保存场所是否满足《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》相关要求，是否有环境条件监控设备、样品存放区域的空间标识和样品编号的检索引导。

(3) 定期检查：应对保存样品的状态、时间、环境条件监控记录和出入库等进行检查。

(4) 检查有无纸质样品交接记录，及交接记录的正确性与完整性。

### 6.3.4 样品流转

(1) 样品交接记录表检查：交接内容是否填写完整、规范等。

(2) 流转样品中密码平行样品和质控样品添加是否符合要求。

### 6.3.5 检查要求

省级质量控制实验室监督检查样品制备、保存、流转等数量应分别不少于本区域总样量的5%，覆盖行政区域内承担任务的检测实验室；国家级质量控制实验室在省级检查的基础上随机抽查。检查工作覆盖样品制备、保存和流转工作周期。对于未能制检分离的单位，要加大质量监督检查力度。必要时，安排专家派驻，对关键过程开展监督检查。

### 6.3.6 问题发现与处理

对检查中发现的问题，检查人员应及时向有关责任人指出，并根据问题的严重程度要求其采取适当的纠正和预防措施。相关的任务承担单位要及时对问题进行整改，并按要求向县级土壤普查办提交工作质量自评报告（含整改说明）。省级土壤普查办通过加强人员培训、提高检查比例、调取留存样品、重新制备相关样品等方式建立健全样品制备、保存与流转环节质量监督检查长效机制。

### 6.3.7 其他要求

样品制备、保存与流转质量监督检查清单见附录B，并需及时按要求上传工作平台质量控制模块。

## 7 样品检测

### 7.1 总体要求

检测实验室要严格按照《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》和本规范开展样品检测工作，开展内部质量保证与质量控制。省级、全国土壤普查办分别组织省级、国家级专家组有关专家和质量控制实验室开展外部质量监督检查。

### 7.2 内部质量保证与质量控制

#### 7.2.1 内部质量控制关键点

- (1) 仪器设备配备和正常运行情况。
- (2) 检测任务指标检测技术规范操作情况。
- (3) 内部质控记录并对异常样品开展复检情况。
- (4) 自觉接受省级和国家级外部质量监督检查。

#### 7.2.2 单位及人员资质要求

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。同时，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。

#### 7.2.3 样品细磨

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 2 mm 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《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》样品制备记录表）。

#### 7.2.4 仪器设备和试剂溶液

##### 7.2.4.1 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。

##### 7.2.4.2 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。

#### 7.2.5 检测方法的选择与验证

(1) 检测实验室应根据实际情况选用《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》中推荐的检测方法。

(2) 检测实验室在正式开展土壤三普样品检测任务之前，完成对所选用检测方法的检出限、测定下限、精密度、正确度、线性范围等方法各项特性指标的验证，保存原始数据记录，并形成相关方法验证报告。

#### 7.2.6 空白试验

(1) 每批次样品（不多于 50 个样品）分析时，应进行空白试验，检测空白样品。检测方法有规定的，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，要求每批次样品分析时应至少进行 2 个空白

试验。

(2) 空白试验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，则可忽略不计；若空白试验结果略高于方法检出限但比较稳定，可进行多次重复试验，计算空白试验平均值并从样品检测结果中扣除；若空白试验结果明显超过正常值，实验室应查找原因并采取适当的纠正和预防措施，重新对样品进行检测。

### 7.2.7 仪器设备定量校准

#### 7.2.7.1 标准物质

分析仪器校准应首选有证标准物质。没有有证标准物质时，选用参比物质。

#### 7.2.7.2 校准曲线

采用校准曲线法进行定量分析时，一般应至少使用 5 个浓度梯度的标准溶液（除空白外），覆盖被测样品的浓度范围，且最低点浓度应在接近方法测定下限的水平。检测方法有规定时，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，校准曲线相关系数原则上要求为  $r > 0.999$ 。

#### 7.2.7.3 仪器稳定性检查

连续进样分析时，每检测 20 个样品，应测定一次校准曲线中间浓度点，确认分析仪器校准曲线是否发生显著变化。检测方法有规定的，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，相对偏差应控制在 10% 以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新检测该批次全部样品。

### 7.2.8 精密度控制

(1) 在每批次分析样品中，随机抽取不低于 5% 的样品进行平行双样分析；当批次样品数  $< 20$  时，应随机抽取至少 1 个样品进行平行双样分析。

(2) 由实验室质量控制人员采取平行双样密码分析等方式开展质量控制。其中，平行双样要与其他样品统一编码。

(3) 样品检测项目平行双样检测精密度允许范围应符合方法要求。检测方法有规定的，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，按照表 1 要求执行。

(4) 平行双样检测合格率要求为 100%。当出现不合格时，应查明产生不合格结果的原因，采取适当的纠正和预防措施，并对该平行双样关联的样品进行重新检测。除此之外，应再增加 5% ~ 15% 的平行双样分析比例并满足检测合格率要求。

表 1 土壤样品检测精密度和正确度允许推荐范围

检测项目	含量范围/ (mg/kg)	精密度		正确度
		室内相对偏差/%	室间相对偏差/%	相对误差/%
总镉	<0.1	35	40	40
	0.1~0.4	30	35	35
	≥0.4	25	30	30
总汞	<0.1	35	40	40
	0.1~0.4	30	35	35
	≥0.4	25	30	30
总砷	<10	20	30	30
	10~20	15	20	20
	≥20	10	15	15
总铜	<20	20	25	25
	20~30	15	20	20
	≥30	10	15	15

(续表)

检测项目	含量范围/ (mg/kg)	精密度		正确度
		室内相对偏差/%	室间相对偏差/%	相对误差/%
总铅	<20	25	30	30
	20~40	20	25	25
	≥40	15	20	20
总铬	<50	20	25	25
	50~90	15	20	20
	≥90	10	15	15
总锌	<50	20	25	25
	50~90	15	20	20
	≥90	10	15	15
总镍	<20	20	25	25
	20~40	15	20	20
	≥40	10	15	15
其余无机检测项目 (以平台上报结果 单位进行判定)	<0.1	35	40	40
	0.1~1.0	30	35	35
	1.0~10	20	30	25
	10~100	15	25	20
	100~1 000	10	20	15
	≥1 000	5	10	10

注：方法中有精密度或正确度规定的，按方法执行；没有规定的，按本表执行。由于试点质量控制数据未出，将来试点数据出来将进一步对本表进行修订。

## 7.2.9 正确度控制

### 7.2.9.1 使用标准物质（或参比物质）

当具备与被测土壤样品基本相同或类似的有证标准物质（或参比物质）时，应在每批次样品分析时同步均匀插入与被测样品含量水平相当的有证标准物质（或参比物质）进行检测。每批样品至少做待测元素含量高、低两组质控样，质控样结果应满足表 1 要求。当批次分析样品数<20 时，应至少插入 1 个质控样。

结果判定：若参比物质相对误差（RE）在允许范围内，则对该参比物质样品分析测试的正确度控制为合格，否则为不合格；有证标准物质测定结果在标准物质证书给定的认定值和不确定度范围内来判定正确度，一般用可暂时使用标物证书给定的不确定度值乘 3 再除 2 的值（99%置信区间），或使用表 1 中规定的 RE 值判定。当出现不合格结果时，应查明其原因，采取适当的纠正和预防措施，并对该标准物质样品及与之关联的送检样品重新进行检测。

### 7.2.9.2 绘制质量控制图

(1) 检测实验室可绘制质量控制图对样品检测过程进行质量监控。

(2) 正确度控制图可通过多次检测所用质控样品获得的均值（ $\bar{X}$ ）与标准偏差（ $S$ ）进行绘制，即在 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。

(3) 每批次样品分析所带质控样品的测定值落在中心线附近、上下警告线之内，则表示检测正常，此批次样品检测结果可靠。

(4) 如果测定值落在上下控制线之外，表示检测失控，检测结果不可信，应检查原因，采取纠正措施后重新检测；如果出现以下几种情况，表示检测结果虽可接受，但有失控倾向，应予以注意。①连续3点中有2点落在中心线同一侧的上下警告线以外；②连续5点落在中心线同一侧的1倍标准偏差(S)以外；③连续9点或更多点落在中心线同一侧；④连续7点递增或递减。

#### 7.2.10 异常样品复检

当平行双样密码分析或标准物质（或参比物质）检测结果不合格时，判断批次样品检测结果异常，需要对实验室精密度和正确度进行检查。对于超出正常值范围的样品应100%进行复检，或采取人员比对、实验室间比对等方式确认检测结果的可靠性。

#### 7.2.11 检测数据记录与审核

(1) 检测实验室应保证检测数据的完整性，确保全面、客观地反映检测结果，不得选择性地舍弃数据、人为干预检测结果。

(2) 检测原始记录应有检测人员、校核人员、审核人员的三级签字。

(3) 检测人员负责按照相关要求，如实填写原始记录，并对原始数据和报告数据进行校核。对发现的可疑报告数据，应与样品检测原始记录进行校对。

(4) 校核人员负责对该检验项目的原始记录填写的完整性、正确性进行校核，对计算结果进行验算，判定检验结果是否符合技术标准规定的允差范围，并考虑以下因素：分析方法、分析条件、数据的有效位数、数据计算和处理过程、法定计量单位和内部质量控制数据等。

(5) 审核人员应对最终记录结果进行审核把关，审核数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性。

(6) 检测结果低于方法检出限时，以“未检出”报出，同时给出方法检出限，参加统计时按1/2最低检出限计算。

#### 7.2.12 检测结果的报出

(1) 检测实验室每检测完成一批次送检样品，除须按照本实验室质量管理体系要求编制纸质检测报告外，还须按照土壤三普实验室检测数据填报要求，填报样品检测结果及同批次实验室内部质量控制数据，内部质量控制数据填报记录参见附录C。

(2) 检测实验室应在每批次送检样品检测完成经内部质控审核确认后，通过工作平台上报检测结果与相关报告，提交省级质量控制实验室审核。

(3) 各省（区、市）样品检测结果统一由省级质量控制实验室根据密码平行样品和质控样品检测结果对检测实验室的检测质量进行评价，确认后数据进入工作平台供县级、省级土壤普查办进一步审核。

#### 7.2.13 实验室内部质量评价

每个检测实验室在完成土壤三普样品检测合同任务时，应对其最终报出的所有样品检测结果的可靠性和合理性进行全面、综合的质量评价，并提交质量评价总结报告。报告包括如下内容。

(1) 承担的任务基本情况介绍。

(2) 选用的检测方法以及验证或确认结果。

(3) 样品检测精密度控制合格率。

(4) 样品检测正确度控制合格率。

(5) 异常样品复检合格率。

(6) 为保证样品检测质量所采取的各项措施，以及整改措施和结果。

(7) 总体质量评价（包括数据审核记录、报告及问题整改情况报告等）。

### 7.3 外部质量监督检查

#### 7.3.1 基本要求

在检测实验室内部质量保证与质量控制的基础上，由省级质量控制实验室和国家级质量控制实验室具体负责实施。省级土壤普查办组织省级质量控制实验室采取密码平行样、质控样、留样抽检和现

场监督检查等方式开展外部质量监督检查，全国土壤普查办组织国家级质量控制实验室采取检测能力评价、留样抽检、飞行检查等方式开展外部质量监督检查。若样品制备与检测由同一单位承担的，省级土壤普查办应加大质控力度。

### 7.3.2 密码平行样品

密码平行样品随同批次土壤样品流转至检测实验室进行检测。

(1) 密码平行样品测试结果的精密度以两次检测结果 ( $A$  和  $B$ ) 的相对偏差 ( $RD$ ) 表示，满足表 1 相对偏差要求。

$RD$  计算公式如下：

$$RD (\%) = \frac{|A-B|}{A+B} \times 100 \quad (1)$$

(2) 实验室内密码平行样品检测质量合格率要求 100%。

(3) 当不能达到上述合格率要求时，应采取以下措施：

对密码平行样不合格结果，由省级质量控制实验室通知检测实验室对留样进行复检（批次所有样品的不合格指标）。如复检确认不属于密码平行样品均匀性等引起的检测误差，省级质量控制实验室应要求该实验室对与该密码平行样品一起送检的所有样品进行复检；复检确认属于密码平行样品本身引起的检测误差，只要与该批次送检样品同期实验室内部质控数据及质控样品检测结果均合格，省级质量控制实验室仍可认定该批次样品检测结果合格。必要时，省级质量控制实验室可参与留样复检。

### 7.3.3 质控样品

质控样品随普查样品一起流转至承担检测任务的实验室，要求实验室与该批次普查样品一起进行检测。

(1) 质控样品测试结果的正确度以相对误差 ( $RE$ ) 表示。将质控样品的检测结果 ( $x$ ) 与其给定值 ( $\mu$ ) 进行比较，计算相对误差 ( $RE$ )，满足表 1 相对误差要求。

$RE$  计算公式如下：

$$RE (\%) = \frac{|x-\mu|}{\mu} \times 100 \quad (2)$$

(2) 实验室对质控样品检测质量合格率要求 100%。

(3) 当不能达到上述合格率要求时，省级质量控制实验室应要求检测实验室查明发生问题的原因，采取适当的纠正和预防措施，必要时向检测实验室提供新的质控样品，并要求其插入已完成但结果不合格的送检批次样品中一起进行复检，直至质控样品复检合格率达到规定要求。

### 7.3.4 留样抽检

(1) 在检测实验室开展样品检测过程中，省级质量控制实验室和国家级质量控制实验室按照有关要求同时开展留样抽检，加强质量控制工作。

(2) 留样抽检要尽可能覆盖年度任务涉及的县市区，覆盖主要土壤类型和土地利用类型。省级抽检量不低于本区域检测样品量的 5‰，国家级抽检量不低于检测样品量的 3‰。

(3) 检测实验室留样抽检结果的合格率应不低于 80%。

(4) 留样抽检不一致，省级或国家级质量控制实验室应从留存样品中再提供一份进行再次复检。如再次复检结果与初次检测结果一致，但与前次复检结果不一致，省级或国家级质量控制实验室可采用检测实验室的初次检测结果；再次复检结果与前次复检结果一致、但与初次检测结果不一致，省级或国家级质量控制实验室应要求检测实验室对发现问题样品分析批次的所有样品不合格指标进行复检。留样抽检过程精密度和正确度参考表 1。

### 7.3.5 现场监督检查

现场监督检查由省级土壤普查办组织实施，覆盖年度承担任务的检测实验室，对样品制备、保存、流转和检测等核心环节开展检查，重点检查实验室内部质量保证与质量控制方案实施情况、仪器



设备、试剂溶液和有关原始记录等。必要时安排专家派驻，全程跟进核心环节。现场监督检查清单参见附录 D。

### 7.3.6 检测能力评价

全国土壤普查办每年组织开展检测能力评价。通过 3 年检测能力评价，实现对所有检测实验室全覆盖。检测能力评价结果不合格的，通报省级土壤普查办，整改合格之前原则上不再承担土壤三普检测任务。

### 7.3.7 飞行检查

飞行检查由国家级质量控制实验室组织实施，检查对象包括承担任务的检测实验室和省级质量控制实验室。飞行检查实行专家组负责制，检查组组长应由取得国家级或省级检验检测机构资质认定评审员或具备资深实验室管理经验的专家担任，检查组成员须具有高级以上技术职称或从事土壤检测或相关业务 5 年以上。飞行检查清单参见附录 D。

### 7.3.8 实验室外部质量评价

(1) 密码平行样品检测结果质量评价：密码平行样品两次测定结果的相对偏差（ $RD$ ）应满足表 1 中室内相对偏差要求。

(2) 质控样品检测结果质量评价：质控样品检测结果与给定值的相对误差（ $RE$ ）应满足表 1 的允许值范围。

(3) 留样抽检结果质量评价：留样抽检两次测定结果的相对偏差（ $RD$ ）应满足表 1 中实验室空间相对偏差要求。

(4) 检查评价（检查报告）：系统梳理外部质量评价发现的问题，提出整改的意见建议。

## 8 数据审核

### 8.1 总体要求

数据审核主要依托专家审核、会商以及利用数据审查模型等措施开展。数据审核包括县级、省级土壤普查办开展数据审核及全国土壤普查办开展数据监督检查等。其中，县级土壤普查办对经过省级质量控制实验室确认的数据进行完整性、规范性、合理性审查；省级土壤普查办组织专家组，对县级土壤普查办上报数据的规范性、准确性，特别是存疑数据进行检查；全国土壤普查办组织专家组开展国家层面监督检查。

### 8.2 人员资质

数据审核需由科研、教学和推广领域多年从事土肥工作或具有高级专业技术职称的专家负责，审核责任专家至少 2 名。从事数据审核的专家要参加国家或省级层面组织的相关培训，掌握数据审核方法及工作要求。

### 8.3 审核内容

#### 8.3.1 数据完整性

##### 8.3.1.1 数据完整性审查

外业调查采样环节，采用电子围栏和外业调查采样 App，对采样位置和填报信息进行管理，确保外业调查信息填报完整。样品检测数据上报环节，通过土壤普查工作平台对上报数据的完整性进行筛查。

##### 8.3.1.2 文本型数据缺失

(1) 外业调查电子围栏提醒：通过外业调查采样 App 对外业调查采样时填报的文本数据缺失进行提醒。

(2) 数据库入库提醒：建立数据分级审核机制，通过全程数据可信追溯模块对入库缺失数据进行提醒。

(3) 属性提取：根据空间位置信息从工作底图上提取缺失数据。

(4) 删除：当缺失值所占的比例较少且无法获取缺失数据时，可以使用删除法，以减少样本数据量来保证数据的完整性。

#### 8.3.1.3 数值型数据缺失

(1) 数据库入库提醒：建立数据分级审核机制，全程数据可信追溯模块对入库缺失数据进行提醒。

(2) 均值：根据行政信息提取一定范围（如乡、村）、一定时期或根据空间信息提取一定距离、最近 15 个点的信息，使用均值（平均值、中位数、众数）来替换缺失值。

(3) 删除：当缺失值所占的比例比较小时，可以使用删除法，以减少样本数据量来换取数据的完整性。

(4) 属性提取：当缺失值所占的比例较少且复测数据无法获取时，可以进行空间插值的指标，先进行空间插值，再根据空间位置信息提取数据。

(5) 不处理缺失值：当缺失值所占的比例比较大时，在数据库中保留缺失值，后期分析时不使用此指标。

#### 8.3.1.4 图片型数据缺失

(1) 外业调查电子围栏提醒：通过外业调查采样 App 对外业调查采样时拍摄照片的上传进行缺失提醒。

(2) 数据库入库提醒：建立数据分级审核机制，全程数据可信追溯模块对入库缺失图片数据进行提醒。

### 8.3.2 数据规范性

#### 8.3.2.1 数据规范性审查

采用数据库审查相关模块，对入库数据规范性进行审查。

#### 8.3.2.2 拼写错误

主要是指在录入数据时，出现错别字、同音字的。如稻写成籼、砂写成沙等，通过数据审查予以校对。

#### 8.3.2.3 标准不一致

主要是指各项目间填写标准不一致而产生的错误，如土壤类型信息若不一致，要按照《第三次全国土壤普查暂行土壤分类系统（试行）》；项目中行政信息变更造成的不一致等。经纬度按照《第三次全国土壤普查工作底图制作与采样点布设技术规范》《第三次全国土壤普查土壤类型图编制技术规范》等统一点位坐标信息；土地利用方式按照第三次国土调查土地利用信息统一；种植制度按照农业区划信息进行统一。

#### 8.3.2.4 表现形式不同

主要包括指标名称不一致，如锌与 Zn；单位不一致，如 cmol/kg 与 mg/kg；行政单位名称使用全称与简写，如内蒙古自治区与内蒙古、门源回族自治县与门源县等，按照《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》统一指标有效位数、计量单位、修约等。通过工作平台内置数据字典的方式，统一指标名称、单位和相关信息等。

### 8.3.3 数据准确性

#### 8.3.3.1 数据准确性审查

系统分析区域数据，明确数据审核原则，综合考虑土壤自然成土环境背景情况，对标密码平行样品和质控样品评价结果，通过阈值分析、关联分析、逻辑分析等方法对数据准确性进行判断。

#### 8.3.3.2 阈值设定

对入库数据单点、单指标异常值、批量数据合理性等进行审查，对不精确值或错值（指标检测

不准确、数据录入错误）进行驳回、处理。

#### 8.3.3.3 极值法

常用的统计量是均值、标准差、最大值、最小值、分位数等，用来判断变量的取值是否超出了合理的极值范围，是否存在离群值。其中，工作平台内置耕地园地、林地草地检测指标阈值（全国阈值或分级阈值），利用阈值自动对检测数据进行初步审核，并对超出阈值范围数据做出警示标识。

#### 8.3.3.4 箱型图

利用箱型图对小于  $Q1-1.5IQR$  或者大于  $Q3+1.5IQR$ （ $Q1$  称为下四分位数， $Q3$  称为上四分位数， $IQR$  称为四分位数间距）的异常数据进行筛查。

#### 8.3.3.5 Z 分数

对于服从正态分布的指标数据，使用公式  $Z = (x - \mu) / \delta$ （ $x$  是指标值， $\mu$  是平均值， $\delta$  是标准偏差）计算的归一化  $Z$  分数，通过设定阈值（一般设置为 2.5、3.0 和 3.5）来筛选异常值。

#### 8.3.3.6 空间分析

利用空间分析（聚类和异常值分析工具）识别具有统计学上的显著性的空间异常值（高值由低值围绕或低值由高值围绕的值）。

#### 8.3.3.7 关联分析

存在量化关系的指标，通过设定组合阈值来筛选异常值，如碳氮比。

### 8.4 问题发现及处理

针对审查中发现的存疑数据等，专家通过数据会商、讨论交流等方式给出处理意见。县级土壤普查办在数据审核过程中，对不合格数据进行驳回，并组织整改；省级专家将审核意见（驳回）反馈省级土壤普查办，省级土壤普查办安排有关县级土壤普查办负责整改工作；国家级专家将审核意见（驳回）反馈全国土壤普查办，全国土壤普查办安排有关省级土壤普查办负责整改工作。

### 8.5 有关要求

（1）县级土壤普查办负责本区域全部检测数据的审核；省级土壤普查办组建的专家组负责本区域全部检测数据的审核；全国土壤普查办组建的专家组对各省级土壤普查办上报数据进行质量监督检查，检查比例不少于 2‰。

（2）数据审核过程中重点对超出阈值范围的数据、离群值、极端值、异常值或多频数据进行抽取，抽取的数据样点要尽可能覆盖所在区域的所有检测实验室及样点类型。

**附录 A**  
**(资料性)**  
**样品采集质量监督检查清单**

样品采集质量监督检查清单见表附录 A-1 和表附录 A-2。

**表附录 A-1 资料检查项目清单**

检查项目	规范要求
单位和人员资质	外业调查队及其技术领队和质量检查员等资质情况是否符合《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》和本规范要求。必要时，核查有关人员参与国家或省级组织的培训情况
点位确认	检查电子围栏范围内采样中心点选择是否合理； 预布设点位现场调整是否符合规范要求（针对电子围栏外调整点位的情况）
采样信息	检查成土环境和土壤利用信息填报是否规范、合理； 剖面样点还需结合土壤类型判定校核、图斑纯度校核等信息填报是否符合要求； 检查景观照片、工作照片、样品照片、剖面照片等拍摄是否规范、数量是否符合要求； 样品重量是否符合要求
一线质控信息	技术领队和质量检查员检查确认情况
采样环节自检	外业调查自查确认信息情况

**表附录 A-2 现场检查项目清单**

检查项目	规范要求	
单位及 人员资质	人员组成	检查外业调查队专业背景是否符合要求；人员组成重点检查 1 名技术领队进行技术和工作质量负责，至少 1 名质量检查员负责内部质量检查的情况
	人员资质	技术领队和质量检查员人员专业背景、培训情况符合《第三次全国土壤普查外业调查与采样技术规范》和本规范要求。必要时，核查有关人员参与国家或省级组织的培训情况
采样点位	点位确认	检查电子围栏范围内采样中心点选择是否合理
	点位现场调整	预布设点位现场调整是否符合规范要求（针对电子围栏外调整点位的情况）
样品采集	采样方法	检查采样工具、辅助工具等是否符合要求； 表层土壤混合样品、土壤容重样品、土壤水稳性大团聚体样品采集方法是否规范； 剖面样点还需检查剖面分层样品、剖面整段样本、剖面纸盒标本、剖面土壤容重样品和土壤水稳性大团聚体样品等采集方法是否规范； 采集样品数量、重量、层次、深度是否符合要求
	采样信息	检查成土环境和土壤利用信息填报是否规范、合理； 检查耕层厚度观测和记录是否规范、合理； 检查景观照片、工作照片、样品照片、剖面照片等拍摄是否规范、数量是否符合要求
样品标识	标签与包装	检查是否按照要求分类包装组批并明确标识，内外标签是否齐全清晰、内容是否完整等
样品暂存 与流转	样品保存	采样后样品交接前，应妥善暂存土壤样品。对于表层土壤混合样品，应使土壤处于通风状态，避免土壤发霉；对于水稳性大团聚体样品，需按照样品制备有关要求简单前处理
	样品流转	检查是否指定专人负责样品流转，是否按要求分批流转，是否按照要求填写相关记录表等

**附录 B**  
**(资料性)**  
**样品制备、保存与流转质量监督检查清单**

样品制备、保存与流转质量监督检查清单见表附录 B-1、表附录 B-2。

**表附录 B-1 样品制备、保存与流转质量监督检查项目清单**

实验室名称（盖章）：

检查日期： 年 月 日

环节	检查项目	规范要求	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题
质量管理		检查单位内部质量保证与质量控制方案及相关质量管理体系是否满足规范要求，是否结合本单位实际具有可操作性； 人员配备及培训、监督等与所承担任务量相符，并满足相关要求		
样品制备	制样单位及人员资质要求	根据样品制备人员清单，检查是否均有全国土壤普查办或省级土壤普查办统一组织的内业测试化验和全程质量控制技术培训合格证书和上岗授权记录； 制样小组设置是否合理，每个小组是否均有样品制备质量检查员		
	制样方案	是否按照省级土壤普查办制定的本省（区、市）样品制备计划及时制定本单位年度样品制备实施方案		
	制样场地	风干、制备场所环境条件、防污染措施是否符合要求； 样品制备室面积满足要求，制样工位数量是否与所承担任务相匹配，是否适当隔离； 在线全方位监控摄像头是否覆盖每个工位的制样环节，存储制样监控视频应满足要求，监控设备运行良好		
	制样工具	磨样设备、样品筛、辅助制样工具等是否齐全、完好、符合要求； 样品制备工具和包装容器是否含有待测组分或对测试有干扰的材料制成； 制样工具在每个样品制备完成后是否及时清洁		
	样品接收	是否指定专人负责样品接收确认，重点检查样品标签、样品状况、样品重量、样品数量、样品包装情况等； 接收样品重量是否满足风干后土壤样品库样品和粗磨后留存样品、送检样品等样品重量要求		
	制备流程	样品风干、研磨、筛分、混匀、缩分、分装等过程是否符合《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》制备流程规定，样品编码是否始终保持一致； 样品损失率是否满足要求； 留存样品、送检样品重量是否满足样品复检需要		

(续表)

环节	检查项目	规范要求	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题
样品保存	人员资质	样品管理员是否经过培训或能力确认, 并保留相应的培训和能力确认记录		
	样品保存状态和时间	样品保存是否按照《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》有关要求; 留存样品保存时间是否按照要求		
	保存场所	是否保持干燥、通风、无阳光直射、无污染; 是否有环境条件视频监控设备、样品存放区域的空间标识和样品编号的检索引导		
	样品管理	样品管理员是否定期对留存样品、暂存样品进行检查		
样品流转	样品交接	样品制备实验室是否按照有关样品状态、数量等要求将样品流转至检测实验室和土壤样品库; 收样单位在样品交接过程中, 是否对接收样品的质量状况进行检查		
	有关要求	土壤样品是否按照土地利用类型(耕地、园地、林地、草地等)和样品类型(表层土壤样品、剖面土壤样品、水稳性大团聚体样品、容重样品等), 分类组批进行流转; 是否按照样品类型在流转到检测实验室前由质量控制实验室插入相应的质量控制样品		
内部质量保证检查		自查相关记录符合规范要求, 内部检查是否覆盖制样全部样品、全周期、全工作过程		

表附录 B-2 样品制备、保存与流转质量监督检查材料清单

序号	内容
1	样品制备实验室经手的所有样品的编号清单概览
2	土壤样品交接记录表
3	样品制备记录表, 要求: 是受监督检查实验室经手的所有第三次全国土壤普查土样
4	土壤样品批次记录表
5	土壤样品装运记录表
6	土壤普查样品入库记录和出库记录, 样品保存室视频监控记录(近1年)
7	已制备土壤普查样品照片(包含样品标签、重量、粒径、包装等信息), 要求: 是受监督检查实验室经手的所有第三次全国土壤普查土样, 照片或者字迹清晰或者有详细说明
8	样品制备实验室实际使用的样品制备、流转、保存工作程序文档及示意图(word格式)
9	制样小组人员一览表(excel格式), 要求: 包括姓名、单位、身份证号码、手机号、岗位职责、工作时间和经手样品编号段和制备操作
10	制样人员、制样检查员及样品管理员参加培训、考核的记录和相关盖章证明(pdf格式或者图片格式)
11	制样场地照片或视频, 要求: 按照时间、地点、样品号段、工作人员名字命名文件夹
12	制样工具照片, 要求: 实验室名称、工具名称、工具编号
13	体现制样流程工作视频(近1年), 要求: 按照时间、地点、样品号段、工作人员名字命名文件夹
14	样品保存室照片及实时视频、环境条件控制记录
15	内部质量控制样品一览表, 内部质控样品添加、转码一览表, 平行双样添加情况表(制备、检测任务均承担的实验室)

**附录 C**  
**(资料性)**  
**检测实验室内部质量控制电子数据填报记录**

检测实验室内部质量控制电子数据填报记录见表附录 C-1 至表附录 C-7。

**表附录 C-1 空白试验记录**

实验室代码	检测日期	样品类型	样品编号	检测项目	分析方法	检出限	空白试验结果	结果评价	检测人员

**表附录 C-2 平行双样检测结果记录**

实验室代码	检测日期	样品类型	样品编号	检测项目	相对偏差/%	结果评价	检测人员

**表附录 C-3 平行双样检测合格率记录**

实验室代码	报告日期	样品类型	检测项目	批次样品数	合格样品数	合格率/%

表附录 C-4 标准物质检测结果记录

实验室代码	检测日期	样品类型	检测项目	标准物质编号	标准值及其 不确定度	检测结果	相对误差/%	结果评价	检测人员

表附录 C-5 正确度控制合格率记录

实验室代码	报告日期	控制方式	样品类型	检测项目	批次样品数	合格样品数	合格率/%

表附录 C-6 异常样品复检记录

实验室代码	检测日期	样品类型	样品编号	检测项目	检测值 A	检测值 B	相对偏差/%	结果评价	检测人员

表附录 C-7 异常样品复检率记录

实验室代码	报告日期	样品类型	检测项目	批次样品数	异常样品数	复检样品数	合格率/%



**附录 D**  
**(资料性)**  
**飞行检查/现场监督检查清单**

飞行检查/现场监督检查清单见表附录 D-1 和表附录 D-2。

**表附录 D-1 飞行检查/现场监督检查项目清单**

实验室名称（盖章）：

检查日期： 年 月 日

序号	检查要素	检查内容	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题（包括 作为证据的材料名称、 清单，文件号等）
1	质量管理	依据相关要求，建立并有效运行质量保证体系； 按照第三次全国土壤普查有关技术规范和管理要求，进一步完善内部质量管理制度； 应按照《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范》有关要求，制定单位内部质量保证与质量控制方案和计划，涵盖样品制备（细磨）、内部流转、保存、分析测试及报告编制等全流程，并实施全过程质量控制		
2	检测能力	资质认定批准或实验室认可的检测能力应涵盖 50% 以上第三次全国土壤普查土壤理化性状指标； 检测能力与承担任务相匹配，能保证在合同期内完成检测任务； 承担的检测任务不得转包和分包		
3	样品细磨	制样工具、制样场所与设施符合《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》要求； 细磨过程应有视频监控设备，监控范围应能覆盖每个工位的制样环节，监控设备运行良好，监控记录保存完整； 样品制备记录表（0.25 mm、0.149 mm 孔径筛）保留完整；样品编码保持不变；严禁套筛		
4	人员	样品制备、样品流转、样品检测、质量控制人员能力和数量满足普查检测任务需要； 检测实验室主要技术负责人、技术骨干及质量检查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集中培训，取得培训结业证书，应掌握相关技术规定和管理要求； 所有参与土壤三普任务的人员需经培训上岗，并保留人员培训和授权上岗记录。有人员监督计划和实施记录		
5	场所环境	实验室场所应与所申请的场所一致； 实验室内合理分区，避免交叉污染和相互干扰； 样品制备、保存、检测环境应符合场所环境、仪器设备、检测方法等有关要求； 对可能影响检测结果质量的环境条件，应进行识别并制定成文件，对其实施监控和记录，保证符合相关技术要求		

(续表)

序号	检查要素	检查内容	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题(包括 作为证据的材料名称、 清单,文件号等)
6	设施设备	<p>应具备第三次全国土壤普查土壤理化性状指标所需仪器设备;</p> <p>开展相应检测指标的仪器设备均应完好,技术指标应符合申请普查样品检测任务要求;</p> <p>仪器设备投入使用前,应采用检定、校准或核查等方式,确认其是否满足检测的要求,并保持其在有效期内进行使用。必要时,应使用校准给出的修正信息,以确保仪器设备满足检测方法的需要;</p> <p>应有仪器设备使用记录。记录应包括使用时间、使用人、样品编号、检测项目和仪器状况等信息;</p> <p>应配备满足普查检测参数需要的质控样品。质控样品由专人保管,贮存场所符合要求,能溯源到标准物质(参比物质),并开展期间核查;</p> <p>检测过程中使用的标准溶液应能溯源至有证标准物质和/或配制(稀释)记录,并满足方法规定</p>		
7	样品管理	<p>样品接收、核查和发放各环节应受控,有专人负责实验室样品外部样品接收和内部流转,有样品接收和内部流转记录;</p> <p>样品标签及其包装应完整无损,样品标签包括但不限于:唯一性标识、状态标识和制样粒径(目数)标识等;</p> <p>样品应规范、有序排列、分区存放,并有明显标志,避免混淆</p>		
8	试剂材料	<p>对检测结果有关键试剂和耗材应经过检查或证实符合有关检测方法中规定的要求后,投入使用,并保存相关记录;</p> <p>试剂耗材由专人负责,保存条件适宜,确保安全使用与管理;</p> <p>有实验用水检查记录,确保水质满足方法要求</p>		
9	检测方法	<p>方法选用《第三次全国土壤普查土壤样品制备与检测技术规范》推荐的检测方法;</p> <p>正式开展土壤三普样品检测任务之前,完成对所选用检测方法的检出限、测定下限、精密度、正确度、线性范围等方法各项特性指标的验证,并形成相关质量记录;</p> <p>检测过程产生的方法偏离(含样品制备)应经技术判断不影响检验检测结果,编制形成作业指导书,被技术负责人批准,并经省级土壤普查办(或省级质量控制实验室)同意才允许发生</p>		
10	空白试验	<p>每批次样品(不多于50个样品)分析时,应进行空白试验,检测空白样品。检测方法有规定的,按检测方法的规定进行;检测方法无规定时,要求每批次分析样品应至少2个空白试验;</p> <p>空白试验结果一般应低于方法检出限。空白试验结果略高于方法检出限但比较稳定,可进行多次重复试验,计算空白试验平均值并从样品检测结果中扣除;</p> <p>若空白试验结果明显超过正常值,实验室应查找原因并采取适当的纠正和预防措施,重新对样品进行检测</p>		

（续表）

序号	检查要素	检查内容	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题（包括作为证据的材料名称、清单，文件号等）
11	仪器设备定量校核	<p>分析仪器校核应首选有证标准物质。没有有证标准物质时，选用参比物质；</p> <p>采用校准曲线法进行定量分析时，一般应至少使用5个浓度梯度的标准溶液（除空白外），覆盖被测样品的浓度范围，且最低点浓度应在接近方法测定下限的水平。校准曲线相关系数原则上要求为<math>r&gt;0.999</math>；</p> <p>仪器稳定性检查。连续进样分析时，每检测20个样品，应测定一次校准曲线中间浓度点，确认分析仪器校准曲线是否发生显著变化。检测方法有规定的，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，相对偏差应控制在10%以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新检测该批次全部样品</p>		
12	精密度	<p>每批次分析样品中，随机抽取不低于5%的样品进行平行双样分析；当批次样品数<math>&lt;20</math>时，应随机抽取至少1个样品进行平行双样分析；</p> <p>由实验室质量控制人员采取平行双样密码分析等方式开展内部质量控制，并统计精密度合格率情况；</p> <p>样品检测项目平行双样检测精密度允许范围应符合方法要求。检测方法有规定的，按检测方法的规定进行；检测方法无规定时，按照《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范》要求执行</p>		
13	正确度	<p>每批次样品分析时同步均匀插入高、低两组与被测样品含量水平相当的有证标准物质进行检测；质控样结果应满足《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范》要求；当批次分析样品数<math>&lt;20</math>时，应至少插入1个质控样；</p> <p>必要时可绘制质量控制图；</p> <p>统计标准物质检测结果和正确度控制合格率</p>		
14	异常样品复检	<p>检测数据异常时，要对实验室精密度和正确度进行检查；</p> <p>对于超出正常值范围的样品应100%进行复检，或采取人员比对、实验室间比对等方式确认检测结果的可靠性；</p> <p>保存异常样品复检记录和异常样品复检率记录</p>		
15	数据记录与审核	<p>检测原始记录应有检测人员、校核人员、审核人员的三级签字；</p> <p>应按照第三次全国土壤普查有关要求填报样品检测结果及同批次实验室内部及外部质控数据，并及时提交；</p> <p>应建立检测数据和报告质量审核制度，明确数据审核人员和检测报告的编制、审核及签发人员的职责和工作要求</p>		
16	质量评价报告	<p>应向承担普查任务所在质量控制实验室提交土壤普查工作质量自评估年度报告及总结。内容包括承担的任务基本情况介绍；选用的检测方法，以及验证或确认结果；样品检测精密度控制合格率；样品检测正确度控制合格率；异常样品复检合格率等；</p> <p>为保证样品检测质量所采取的各项措施，以及整改措施和结果；总体质量评价；</p> <p>对省级质量监督检查过程中发现的问题应及时整改，并形成整改报告</p>		

(续表)

序号	检查要素	检查内容	检查结果 (符合、基本符合、不符合)	发现问题(包括作为证据的材料名称、清单,文件号等)
17	档案管理	应及时做好土壤普查相关技术档案管理; 保存的技术档案应包括但不限于:土壤普查项目有关检测实验室工作的管理文件、技术规定和标准;方法验证记录、检测原始记录和检测报告;质量控制记录、质量自评年度报告及总报告		
18	其他要求	检测实验室开展土壤普查样品检测及其数据生成、上报、保管和利用,须遵照土壤普查有关技术规定及管理辦法执行; 检测实验室及其人员应对在第三次全国土壤普查工作中所知悉的国家秘密、商业秘密和技术秘密负有保密义务,并制定与实施相应的保密措施		

表附录 D-2 飞行检查/现场监督检查材料清单

序号	内 容
1	实验室土壤三普内部质量保证与质量控制方案和质量控制计划
2	实验室参与土壤三普工作人员一览表(含人员岗位,备注参加全国或省级土壤普查办组织的培训并取得结业证书的人员)
3	样品制备记录表
4	实验室内部有关土壤三普的人员培训计划及记录
5	实验室内有关土壤三普检测实验室需要控制环境条件的实验室识别及其控制记录
6	实验室内土壤三普检测指标涉及的仪器设备(含检定/校准有效期)和质控样品一览表
7	实验室内土壤三普使用的标准溶液配制、稀释记录
8	实验室土壤三普样品接收样品登记表
9	样品内部流转记录表
10	关键试剂耗材经过检查或证实符合有关检测方法中规定的要求记录
11	方法验证报告
12	检测原始记录
13	实验室内部质量控制实施记录
14	异常值复验记录
15	质量评价报告(如有)
16	省级质量监督检查整改报告(如有)