北京市第三次全国土壤普查内业测试化验质量控制工作方案

按照《国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室关于加快推进2023年第三次全国土壤普查工作的通知》（国土壤普查办发〔2023〕21号）和《第三次全国土壤普查全程质量控制技术规范（修订版）》的有关要求，根据《北京市第三次全国土壤普查实施方案》工作安排，为切实抓好样品制备、保存、流转、检测和数据审核等核心环节技术指导和质量控制工作，特制定本方案。

一、实验室内部质量控制

（一）样品制备、流转与保存

1、实施主体

承担样品制备的实验室

2、质控对象

本实验室承担土壤三普样品制备任务的部门和工作人员。

3、工作内容

制样室、风干室、保存室等场所是否符合要求，样品风干和制备区域监控设备是否角度适宜且运转正常；制样工具是否齐全且符合制样要求；接样区、风干区、制样区、流转区、保存区等土壤三普工作区域是否标识明显；接样人员、风干人员、制样人员、样品管理人员、样品流转人员以及质量负责人等分工是否明确，参与土壤三普工作人员是否有培训和能力确认记录，制样小组组长及质量检查员等是否有培训且取得培训合格工作证记录；样品接收、风干、制备、流转、保存等工作内容的操作是否符合技术规范要求等。

（二）样品检测

1、实施主体

承担检测任务的实验室

2、质控对象

本实验室承担土壤三普样品检测任务的部门和工作人员。

3、工作内容

接样人员、样品细磨人员、检测人员、样品管理人员、质量负责人、技术负责人等人员分工是否明确，参与土壤三普工作人员是否有培训且取得培训合格工作证记录；机器设备是否充足且经计量检定或校准；所用化学试剂等是否符合检测标准要求，管理是否规范；所用标准物质是否能溯源到标准物质或参与物质；方法验证中各项特性指标是否进行内部审核和研讨，各项特性指标是否有原始数据记录和方法验证报告；精密度控制是否按实验室密码平行样、检测员明码平行样两级同时进行分析；正确度控制是否按实验室密码质控样、检测员明码质控样两级同时进行分析；异常样品复检是否按照人员比对或实验室间比对的方式确认结果的可靠性；检测原始记录（含仪器原始记录）是否完整，原始记录是否有检测人员、校核人员、审核人员三级签字；样品细磨、样品检测等操作是否符合技术规范要求。

（三）时间安排

确认承担任务后制定项目实施方案、质量控制方案，积极参加本市级以上组织的培训；检测工作开始前完成方法验证、仪器计量检定或校准、化学试剂和标准物质储备；11月底前完成工作，并提交实验室内部质量评价、检测报告等项目工作材料

二、实验室外部质量控制

（一）实施主体

北京市第三次全国土壤普查领导小组办公室内业工作组组织，市质量控制实验室具体实施，北京市第三次全国土壤普查内业专家技术指导组专家联合指导和把控。

（二）质控对象

承担北京市第三次全国土壤普查2023年土壤普查样品制

备实验室（华测检测认证集团北京有限公司），检测实验室（谱尼测试集团股份有限公司）以及承担样品流转任务的省级质量控制实验室。

1、样品制备流转保存

（1）工作内容

样品制备的制样场地、制样人员资质、制样方案、制样流程、制样工具、样品接收、制样关键环节、已制备样品和样品制备记录等；样品流转交接过程及记录等；样品保存的状态和时间、保存场所和条件、样品管理和人员资质等；样品制备内部质控措施执行及相关原始记录等。

（2）工作要求

市质量控制实验室开展随机抽查，与专家技术指导相结

合、市级现场监督检查相结合。工作过程严格遵循《北京市第三次全国土壤普查内业测试化验质量控制技术规范》和《北京市第三次全国土壤普查土壤样品制备、流转与保存技术规范》等相关规定。工作方式以实地现场检查与网上监控相结合，可采取现场观察、资料检查、听取汇报、座谈交流等多种方式。市土壤普查办负责督促被监督检查实验室按照样品制备、流转与保存监督检查材料清单（见附表1）及时提供相关检查材料。市质量控制实验室和内业技术指导专家按照样品制备、流转与保存质量控制清单（见附表2）开展相关工作。对工作中发现的问题，现场填写相关工作记录表（附表3），并获取照片、谈话记录等资料。同时，及时向单位有关责任人指出存在问题，提出整改措施建议，并将有关问题反馈给市土壤普查办。对于重大问题，要及时反馈市土壤普查办内业技术组组长，由组内集体研究提出解决方案。

2、样品检测

（1）工作内容

主要是《北京市第三次全国土壤普查内业测试化验质量控制技术规范》附录C规定内容，以及前期工作督导及质量监督检查中发现问题的整改落实情况。具体核查实验室基础设备设施条件、土壤普查检测指标检测能力、主要仪器设备配备和使用、质量体系运行和管理、检测人员配备和技术水平，以及土壤样品细磨、保存与检测工作是否符合土壤普查相关技术规范要求，随机抽查质控样品添加情况等。

（2）工作要求

遵循如下工作程序。市质量控制实验室根据技术规范要求质控清单，根据实验室工作进程，随机安排监督检查。市土壤普查办通知本市内业技术指导专家，提醒专家熟悉工作相关内容。市质量控制实验室和专家进入实验室查看现场，并调取相关档案记录，审查被检查实验室提供的文件材料（见附表4），并记录问题，场填写相关工作记录表（附表3）；应抽取不少于3批次的土壤普查检测数据，通过随机调取检验记录报告等资料进行核查验证，不得由被检查实验室自主选取抽查报告资料；随机抽取授权签字人、检测人员、质量管理人员或者档案管理人员，了解实验室运行管理情况；市质量控制实验室汇总并确定主要发现的问题，填写《质控项目清单》（见附表5）；召集被检查实验室进行检查结果通报，被检查实验室对检查结果无异议的，在《质控项目清单》上签字盖章确认。

3、留样抽检

（1）工作内容

按照留样检测样布设原则，国家层面留样检测比例不低于3‰，本市层面留样检测比例不低于10‰，开展耕地园地、林地草地等检测样品的留样检测工作。

（2）工作要求

国家质控实验室抽检：全国土壤普查办内业工作组按照留样检测布设原则和抽样比例不低于3‰的要求，以县域为单元抽取样品，并将留样检测信息发至北京市土壤普查办。市土壤普查办从制备实验室预留样品中抽取留样检测样品（每份样品重量不少于240g），并按照要求及时将留样检测样品及有关信息报送到有关国家级质量控制实验室。市质量控制实验室负责跟踪检查检测实验室将样品寄送至相应的国家级质量控制实验室。留样检测不合格的，根据国家土壤普查办要求做好整改工作。

本市质控实验室抽检：市土壤普查办内业工作组按照留样检测布设原则和抽样比例不低于10‰的要求，以区域为单元抽取样品，并将留样检测信息发至市质量控制实验室。市土壤普查办从制备实验室预留样品中抽取留样检测样品（每份样品重量不少于240g），并按照要求及时将留样检测样品及有关信息报送到市质量控制实验室。市质量控制实验室负责跟踪检查检测实验室将样品寄送至本实验室。市土壤普查办确定不同区域留样检测指标，市质量控制实验室严格按照各项指标规定的检测方法开展检测工作。结果判定：按照《北京市第三次全国土壤普查内业测试化验质量控制技术规范》中“相对偏差”的定义，计算留样检测结果与检测实验室检测结果的相对偏差，并根据实验室间相对偏差允许范围判定检测实验室检测结果合格情况。结果应用：留样检测不合格的，市质量控制实验室提出后续处理建议报市土壤普查办内业工作组，经审核后发至检测实验室，由市土壤普查办督促检测实验室做好发现问题批次样品不合格指标的复检工作。

（四）时间安排

7—11月，市质量控制实验室开展样品制备流转保存与检测各个环节质量控制工作，在样品检测工作开展的同时，同步组织开展本市留样检测工作并及时反馈，督促检测实验室做好不合格样品的复检工作；9-11月，市土壤普查办组织专家联合质量控制实验室开展现场监督检查；11月底前，市质量控制实验室提交相关记录和质控工作总结报告以及留样检测工作总结报告；12月中旬前，市土壤普查办内业组汇总全市质量控制总结报告并上报全国土壤普查办。

附件：1.表1样品制备流转保存质量控制材料清单

2.表2样品制备流转保存项目检查清单

3.表3内业测试化验质量控制现场检查工作记录表

4.表4样品检测质量控制材料清单

5.表5样品检测质量控制项目清单

附件1

**表1 样品制备流转保存质量控制材料清单**

|  |  |
| --- | --- |
| 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：是受检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 | 市质量监督检查整改报告 |

附件2

**表2 样品制备流转保存项目检查清单**

实验室名称： 检查日期：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 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（包括作为证据的材料名称、清单、文件号等） |
| 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制度是否满足规范要求，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 | 是否按照北京市土壤普查办制定的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 |  |  |
| 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（包括作为证据的材料名称、清单、文件号等） |
|  | 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 |  |  |
| 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到检测实验  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  团聚体样品等），分类组批进行流转； |  |  |
| 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 |  |  |

附件3

**表3 内业测试化验质量控制现场检查工作记录表**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 日期 |  | 参加人员 |  |
| 实验室名称 |  | | |
| 实验室性质 | 样品制备实验室 □  检测实验室 □ | | |
| 实验室承担任务详情 |  | | |
| 工作内容 |  | | |
| 发现问题 |  | | |
| 意见建议 |  | | |
| 专家签字 |  | | |
| 受检单位负责人  签字 |  | | |

附件4

**表4 样品检测质量控制材料清单**

|  |  |
| --- | --- |
| 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，备注参加国家或省级普查办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；标准物质（参比物质）保存、使用记录 |
| 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 | 内部质量控制样品一览表，实验室内部质控样品、平行样品添加、转码一览表 |
| 15 | 异常值复验记录 |
| 16 | 质量评价报告 |
| 17 | 市质量监督检查整改报告 |

附件5

**表5 样品检测质量控制项目清单**

实验室名称： 检查日期：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 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（0.25mm、0.149mm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北京市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。 |  |  |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 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） |
| 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。 |  |  |
| 6 | 设施设备 | 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；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；  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；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；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；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。 |  |  |
| 7 | 样品管理 | 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；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；样品应规范、有序排列、分区存放，并有明显标志，避免混淆。 |  |  |
| 8 | 试剂材料 | 对检测结果有影响的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；试剂耗材由专人负责，保存条件适宜，确保安全使用与管理；有实验用水检查记录，确保水质满足方法要求。 |  |  |
| 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） |
| 9 | 检测方法 | 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；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；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，并经北京市土壤普查办（或北京市质量控制实验室）同意才允许发生。 |  |  |
| 10 | 空白试验 | 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个过程空白试验；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；  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。 |  |  |
| 11 | 仪器设备定量校核 | 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；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r＞0.999；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。 |  |  |
| 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） |
| 12 | 精密度 | 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；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；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，按相关规定进行；检测方法无规定时，按照《土壤普查全程质量控制技术规范》要求执行。 |  |  |
| 13 | 正确度 | 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（或参比物质）进行检测。质控样结果应满足《土壤普查全程质量控制技术规范》要求。当批次分析样品数＜20时，应至少插入1个质控样；必要时可绘制质量控制图；统计标准物质检测结果和正确度控制合格率。 |  |  |
| 14 | 异常样品复检 | 检测数据异常时，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；保存异常样品复检记录和异常样品复检率记录。 |  |  |
| 15 | 数据记录与审核 | 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；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；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。 |  |  |
| 16 | 质量评价报告 | 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，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；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；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 |  |  |
| 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、质量自评估年度报告及总报告。 |  |  |
| 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办法执行；  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 |  |  |