

方城县生活垃圾处理场  
土壤及地下水环境自行监测方案

编制单位：方城县环境卫生管理局  
(方城县生活垃圾处理场)

2022年5月10日

# 方城县生活垃圾处理场 土壤及地下水自行监测方案

## 一、监测目的

根据《关于做好土壤环境重点监管企业及周边土壤环境监测工作的通知》（豫环办〔2018〕66号）、《重点监管单位土壤污染隐患排查指南（试行）》（生态环境部2021年第1号公告）及《工矿用地土壤环境管理办法（试行）》有关要求，结合和《关于发布南阳市2022年度土壤污染重点监管单位名单的公告》（南阳市生态环境局，2022年3月17日）等要求，我公司参照《工业企业土壤和地下水自行监测技术指南》（试行）（HJ 1209-2021），在资料收集、现场踏勘及对重点区域及设施识别的基础上，编制本单位土壤及地下水环境自行监测方案。

## 二、规范依据

《排污单位自行监测技术指南总则》（HJ819-2017）

《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）

《工业企业土壤和地下水自行监测技术指南（试行）》（HJ 1209-2021）

《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB36600-2018）

## 三、监测项目

方城县生活垃圾处理场属于环境卫生管理行业，根据《工业企业土壤和地下水自行监测技术指南（试行）》（HJ 1209-2021）

相关要求，土壤和地下水监测项目如下：

#### **土壤监测项目：17 项**

重金属（8 项）：镉、铅、铬、铜、锌、镍、汞、砷

重金属与元素（8 项）：锰、钴、硒、钒、铋、铊、铍、钼

土壤 pH（1 项）：土壤 pH

#### **地下水监测项目如下：**

感官性状及一般化学指标（11 项）：pH、总硬度、溶解性总固体、硫酸盐、氯化物、耗氧量、氨氮、硫化物、锰、铜、锌

微生物指标（1 项）：总大肠菌群

毒理学指标（16 项）：亚硝酸盐、硝酸盐、氰化物、氟化物、银、汞、砷、镉、铬（六价）、铅、钴、镍、钼、铋、铊、铍

### **四、监测点位的选取**

#### **（1）土壤**

据厂区的平面布置，选择 1#填埋区东北角、2#填埋区东南角、3#厂界上游、4#渗滤液旁、5#调节池旁作为土壤监测点，厂界周边选取 1 个参照点，共 6 个采样点，每处采样点采集 1 份样品。

#### **（2）地下水**

据厂区的平面布置，本次参考现状评估地下水监测井位布设有本底井、污染扩散井 1#、2#，污染监视井 1#、2#，排水井，共 6 个采样点，每处采样点采集 1 份样品。

### **五、监测方法**

#### **1、土壤监测方法**

序号	监测内容	监测因子	分析方法
1	土壤	pH	土壤 pH 的测定 电位法 HJ 962-2018
2		铅	土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 GB/T 17141-1997
3		镉	
4		六价铬	土壤和沉积物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法 HJ 1082-2019
5		铜	土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法 HJ 491-2019
6		锌	
7		镍	
8		汞	土壤和沉积物 汞、砷、硒、锑、铋的测定 微波消解/原子荧光法 HJ 680-2013
9		砷	
10		硒	
11		锑	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别（附录 D 固体废物 金属元素的测定 火焰原子吸收光谱法）GB 5085.3-2007
12		锰	
13		钴	土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法 HJ 1081-2019
14		钒	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别（附录 C 固体废物 金属元素的测定 石墨炉原子吸收光谱法）GB 5085.3-2007
15		铊	土壤和沉积物 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 HJ 1080-2019
16		铍	土壤和沉积物 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 HJ 737-2015
17		钼	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别（附录 C 固体废物 金属元素的测定 石墨炉原子吸收光谱法）GB 5085.3-2007

## 2、地下水监测方法

序号	监测内容	监测因子	分析方法
1	地下水	pH	《水质 pH 值的测定 电极法》 (HJ 1147-2020)
2		总硬度	水质 钙和镁总量的测定 EDTA 滴定法 GB/T7477-1987

3	地下水	溶解性总固体	《生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标（8.1 溶解性总固体 称量法）》（GB/T 5750.4-2006）
4		硫酸盐	水质 硫酸盐的测定 铬酸钡分光光度法（试行）HJ/T342-2007
5		氯化物	《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》（2.1 氯化物 硝酸银容量法）（GB/T 5750.5-2006）
6		亚硝酸盐	水质 无机阴离子（F <sup>-</sup> 、CL <sup>-</sup> 、NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> 、SO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ）的测定 离子色谱法 HJ84-2016
7		硝酸盐	
8		耗氧量	《生活饮用水标准检验方法 有机物综合指标（1.1 耗氧量 酸性高锰酸钾滴定法）》（GB/T 5750.7-2006）
9		氨氮	水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ535-2009
10		氰化物	《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标（4.2 氰化物 异烟酸—巴比妥酸分光光度法）》GB/T 5750.5-2006）
11		硫化物	《水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法》（HJ 1226-2021）
12		氟化物	水质 无机阴离子（F <sup>-</sup> 、CL <sup>-</sup> 、NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> 、SO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ）的测定 离子色谱法 HJ84-2016
13		银	生活饮用水标准检验方法 金属指标（12.1 银 无火焰原子吸收分光光度法）GB/T5750.6-2006
14		汞	水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法 HJ694-2014
15		砷	
16		镉	石墨炉法原子吸收法测定镉、铜、铅《水和废水监测分析方法》（第四版增补版）国家环境保护总局（2002年）
17		铬（六价）	《生活饮用水标准检验方法 金属指标（10.1 铬（六价） 二苯碳酰二肼分光光度法）》GB/T 5750.6-2006）
18		铅	石墨炉法原子吸收法测定镉、铜、铅《水和废水监测分析方法》（第四版增补版）国家环境保护总局（2002年）
19		锰	《水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法》（GB 11911-1989）
20		钴	水质 钴的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 HJ 958-2018

## 地下水监测方法（续）

序号	监测内容	监测因子	分析方法
21	地下水	镍	水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法 GB/T11912-1989
22		铜	水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法GB/T7475-1987
23		锌	
24		铊	水质 汞、砷、硒、铋和铊的测定 原子荧光法 HJ694-2014
25		铊	水质 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 HJ 748-2015
26		铍	生活饮用水标准检验方法 金属指标（铍 无火焰原子吸收分光光度法）GB/T5750.6-2006
27		钼	水质 钼和钛的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 HJ807-2016
28		总大肠菌群	生活饮用水标准检验方法 微生物指标（2 总大肠菌群 2.1 多管发酵法）GB/T5750.12-2006

## 六、样品采集、保存、流转与制备

### 6.1 现场采样位置、数量和深度

#### （1）土壤

据厂区的平面布置，选择 1#填埋区东北角、2#填埋区东南角、3#厂界上游、4#渗滤液旁、5#调节池旁作为土壤监测点，厂界周边选取 1 个参照点，共 6 个采样点，每处采样点采集 1 份样品。

#### （2）地下水

据厂区的平面布置，本次参考现状评估地下水监测井位布设有本底井、污染扩散井1#、2#，污染监视井1#、2#，排水井，共6个采样点，每处采样点采集1份样品。

### 6.2 采样方法及程序

#### 6.2.1 土壤

样品采集：在确定的点位上实施现场采样，采样时使用铁铲或不锈钢铲。采样前清除土壤表面腐殖质，采样现场剔除土样中的砾石等异

物，采样点位间及时清理采样工具，避免交叉污染。

**样品流转：采样结束后核对：**采样结束后在现场逐项检查采样记录信息表、样品标签、采样点位图标记等是否完整。**样品运输与保存：**样品运输过程中严防破损、混淆或玷污，测定挥发性、半挥发性、持久性有机污染物的土壤样品应低温暗处冷藏（温度低于4℃），并尽快送回实验室进行分析测试。**样品交接：**土壤样品送到实验室后，采样人员和实验室样品管理员双方同时清点核实样品，并在样品流转单上签字确认；样品管理人员接样后及时与分析人员进行交接，双方核实清点样品，核实无误后分析人员在样品流转单上签字确认。

## 6.2.2地下水

**样品采集：**在地下水监测井实施采样，使用采样器进行采样，提升时尽量避免搅动井底沉积物，水样使用聚乙烯袋装储存，及时送实验室监测。

**样品流转：采样结束后核对：**采样结束后在现场逐项检查采样记录信息表、样品标签、采样点位图标记等是否完整。**样品运输与保存：**样品运输过程中严防破损、混淆或玷污，尽快送回实验室进行分析测试。**样品交接：**地下水样品送到实验室后，采样人员和实验室样品管理员双方同时清点核实样品，并在样品流转单上签字确认；样品管理人员接样后及时与分析人员进行交接，双方核实清点样品，核实无误后分析人员在样品流转单上签字确认。

**质量保证：**

### （1）现场采样质量控制

采样人员在制定计划前要充分了解该项监测任务的目的是要求；对要采样的监测断面周围情况了解清楚；熟悉采样方法、容器的选择、样品的保存技术；有现场测定项目和任务时，还应了解有关现场测定技术。采样前后对采样仪器进行校准和检查。

采样严格按照规定的采样规范进行。采样同时，填写样品标签、采样记录。采样结束前，核对当日采样计划、记录，采样标签等信息，如

有遗漏，应立即补采或重采。

## (2) 样品运输、保存质量控制

在样品保存、运输等各个环节都必须严格遵守各项监测标准规范，考虑到采样地点与分析地点有一定距离，采样车内应配备便携式冰箱，采样人员应根据不同项目的要求，进行有效处理和保管，指定专人运送样品并与实验室人员交接登记。

样品交接员与送样者双方应在送样单上签名，交接过程中如发现编号错乱、盛样容器种类不符合要求或采样不合要求，应立即查明原因补采或重采，避免造成人为缺测。

## 6.3 样品保存、流转与制备

### 6.3.1 样品保存

土壤样品保存方法参照《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）的要求进行，地下水样品保存方法参照《地下水环境监测技术规范》（HJ 164-2020）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）的要求进行，样品保存包括现场暂存和流转保存两个主要环节，应遵循以下原则进行：

(1) 根据不同检测项目要求，应在采样前向样品瓶中添加一定量的保护剂，在样品瓶标签上标注检测单位内控编号，并标注样品有效时间、样品编号、采样日期、采样地点等，并确保样品容器的密封性。

(2) 样品现场暂存。采样现场需配备样品保温箱，内置冰冻蓝冰。样品采集后应立即存放至保温箱内，样品采集当天不能寄送至实验室时，样品需用冷藏柜在4℃温度下避光保存。

(3) 样品流转保存。样品应保存在有冰冻蓝冰的保温箱内寄送或运送到实验室，样品的有效保存时间为从样品采集完成到分析测试结束。

### 6.3.2 样品流转

#### (1) 装运前核对

样品管理员和质量检查员负责样品装运前的核对，要求样品与采样



记录单进行逐个核对，检查无误后分类装箱，并填写“样品保存检查记录单”。

样品装运前，填写“样品运送单”，包括样品名称、采样时间、样品介质、检出项目、检测方法和样品寄送人等信息，样品运送单用防水袋保护，随样品箱一同送达样品检测单位。

### （2）样品运输

样品流转运输的基本要求是保证样品安全和及时送达。样品应在保存时限内尽快运送至检测实验室。运输过程中要有样品箱并做好适当的减震隔离，严防破损、混淆或沾污。保温箱内置足量冰袋，以保证样品对低温的要求，直至到分析实验室。

### （3）样品接收

实验室样品接收人员应确认样品的保存条件和保存方式是否符合要求，清点核实样品数量，并在样品运送单上签字确认。若出现样品瓶缺少、破损或样品瓶标签无法辨识等重大问题，样品检测单位的实验室负责人应及时与采样负责人沟通。上述工作完成后，样品检测单位的实验室负责人在纸版样品运送单上签字确认并拍照发给采样单位。样品检测单位收到样品后，按照样品运送单要求，立即安排样品保存和检测。

## 七、质量保证与质量控制

### 7.1 自行监测质量体系

#### 7.1.1 组织机构

7.1.1.1 具备环境监测数据的资质，并在允许范围内开展工作。保证客观、公正和独立地从事环境监测活动，对出具的数据负责。

7.1.1.2 有与其从事的监测活动相适的专业技术人员和管理人员，关键岗位人员及其职责明确，具备从事环境监测活动所需要的仪器设备和实验环境等基础设施。其中关键岗位人员指与质量体系有直接关联的人员，包括：最高管理者、技术负责人、质量负责人、质量监督员、内审员、特种设备操作人员、仪器设备管理人员、样品管理人员、档案管理人员、报告审核和授权签字人等。

7.1.1.3有保护国家秘密、商业秘密和技术秘密的程序，并严格执行。

#### 7.1.2质量体系

7.1.2.1环境监测机构建立健全质量体系，使质量管理工作程序化、文件化、制度化和规范化，并保证其有效运行。体系覆盖环境监测活动所涉及的全部场所。

7.1.2.2建立质量体系文件，包括质量手册、程序文件、作业指导书和记录。

——质量手册是质量体系运行的纲领性文件，阐明质量方针和目标，描述全部质量活动的要素，规定质量活动人员的责任、权限和相互之间的关系，明确质量手册的使用、修改和控制的规定等。

——程序文件是规定质量活动方法和要求的文件，是质量手册的支持性文件，明确控制目的、适用范围、职责分配、活动过程规定和相关质量技术要求，具有可操作性。

——作业指导书是针对特定岗位工作或活动达到的要求和遵循的方法。

——记录包括质量记录和技术记录。质量记录是质量体系活动所产生的记录；技术记录是各项监测活动所产生的记录。

#### 7.1.3文件控制

建立并保持质量体系文件的控制程序，保证文件的编制、审核、批准、标志、发放、保管、修订和废止等活动受控，确保文件现行有效。

#### 7.1.4记录控制

建立适合本机构质量体系要求的记录程序，对所有质量活动和监测过程的技术活动及时记录，保证记录信息的完整性、充分性和可追溯性，为监测过程提供客观证据。

记录清晰明了，不得随意涂改，必须修改时采用杠改方法；电子存储记录保留修改痕迹。规定各类记录的保密级别、保存期和保存方式，防止记录损坏、变质和丢失；电子存储记录妥善保护和备份，防止未经

授权的侵入或修改。必要时，进行电子存储记录的存储介质更新，以保证存储信息能够读取。

#### 7.1.5 质量管理计划

制订年度质量管理工作计划，将所有质量管理活动文件化，明确质量管理的目标、任务、分工、职责和进度安排等。质量管理计划包括日常的各种质量监督活动、内部审核、管理评审、质量控制活动和人员培训等。

#### 7.1.6 日常质量监督

日常质量监督覆盖监测全过程，包括监测程序、监测方法、监测结果、数据处理及评价和监测记录等。对于监测活动的关键环节、新开展项目和新上岗人员等加强质量监督。

#### 7.1.7 内部审核

根据预定的计划和程序实施内部审核（每年至少一次），以验证各项工作持续符合质量体系的要求。年度审核范围覆盖质量体系的全部要素和所有活动。

审核中发现的问题按程序采取纠正或纠正措施，并对实施情况适时跟踪和进行有效性评价。对潜在的问题，采取有效的预防措施。

#### 7.1.8 管理评审

最高管理者根据预定的计划和程序，对质量体系进行评审（每年至少一次），以确保其持续适用和有效，并进行必要的改进。最高管理者确保管理评审的建议在适当和约定的期限内得到实施。

#### 7.1.9 纠正措施、预防措施及改进

在确认监测活动不符合质量或技术要求时，纠正或采取纠正措施；在确定了潜在不符合的原因后，采取预防措施，以减少类似情况的发生。通过实施纠正措施或预防措施等持续改进质量体系。

#### 7.1.10 对外委托监测

需将监测任务委托其他机构时，事先征得任务来源方同意，委托给有资质的机构。对被委托机构提出质量目标要求，进行必要的质量监

督，并保存满足质量目标要求的全部证明材料。

#### 7.1.11 人员

所有从事监测活动的人员具备与其承担工作相适的能力，接受相应的教育和培训，并按照国家环境保护行政主管部门的相关要求持证上岗。持有合格证的人员，方能从事相关的监测工作；未取得合格证者，只能在持证人员的指导下开展工作，监测质量由持证人员负责。特殊岗位的人员根据国家相关法律、法规的要求进行专项资格确认。

建立所有监测人员的技术档案。档案中至少包括如下内容：学历、从事技术工作的简历、资格和技术培训经历等。

#### 7.1.12 设施和环境

7.1.12.1 用于监测的设施和环境条件，满足相关法律、法规和标准的要求。

7.1.12.2 实验室区域间采取有效隔离措施，防止交叉污染。有毒有害废物妥善处理，或交有资质的单位处置。建立并保持安全作业管理程序，确保危险化学品、有毒物品、有害生物、辐射、高温、高压、撞击以及水、气、火、电等危及安全的因素和环境得到有效控制，并有相应的应急处理措施，危险化学品储存执行其相关规定。制定并实施有关实验室安全和人员健康的程序，并配备相应的安全防护设施。

7.1.12.3 现场监测时，监测时段的气象等环境条件，水、电和气供给等工作条件，企业工况及污染物变化（稳定性）条件满足监测工作要求。有确保人员和仪器设备安全的措施。

#### 7.1.13 监测方法

7.1.13.1 按照相关标准或技术规范要求，选择能满足监测工作需求和质量要求的方法实施监测活动。原则上优先选择国家环境保护标准、其他的国家标准和其他行业标准方法，也可采用国际标准和国外标准方法，或者公认权威的监测分析方法，所选用的方法通过实验验证，并形成满足方法检出限、精密度和准确度等质量控制要求的相关记录。

7.1.13.2 对超出预定范围使用的标准方法、自行扩充和修改过的标

准方法通过实验进行确认，以证明该方法适用于预期的用途，并形成方法确认报告。确认内容包括：样品采集、处置和运输程序，方法检出限，测定范围，精密度，准确度，方法的选择性和抗干扰能力等。

7.1.13.3与监测工作有关的标准和作业指导书都受控、现行有效，并便于取用。

#### 7.1.14仪器设备

7.1.14.1建立仪器设备（含自动在线等集成的仪器设备系统）的管理程序，确保其购置、验收、使用和报废的全过程均受控。

7.1.14.2对监测结果的准确性或有效性有影响的仪器设备，包括辅助测量设备，有量值溯源计划并定期实施，在有效期内使用。

量值溯源方式包括：

——检定：列入国家强制检定目录，且国家有检定规程的仪器经有资质的机构检定；

——校准：未列入国家强制检定目录或尚没有国家检定规程的仪器可由有资质的机构进行校准，也可自动校准。自校准时，有相关工作程序，编制作业指导书，保留相关校准记录，编制自校准或比对测试报告，必要时给出不确定度。校准结果进行内部确认。当校准产生了一组修正因子时，确保其得到正确用。

7.1.14.3所有仪器设备都有明显的标志标明其状态。

7.1.14.4对监测结果的准确性或有效性有影响的仪器设备，在使用前、维修后恢复使用前、脱离实验室直接控制返回后，均进行校准或核查。现场监测仪器设备带至现场前或返回时，进行校准或检查。

7.1.14.5对于稳定性差、易漂移或使用频繁的仪器设备，经常携带到现场检测以及在恶劣环境条件下使用的仪器设备，在两次检定或校准间隔内进行期间核查。

7.14.6所有仪器设备都建立档案，并实行动态管理。档案包括购置合同、使用说明书、验收报告、检定或校准证书、使用记录、期间核查记录、维护和维修记录、报废单等以及必要的基本信息，基本信息包

括：名称、规格型号、出厂编号、管理（或固定资产）编号、购置时间、生产厂商、使用部门、放置地点和保管人等。

## **7.2 监测方案制定的质量保证与控制**

7.2.1.1 对监测任务制定监测方案。

7.2.1.2 制定监测方案前，明确监测任务的性质、目的、内容、方法、质量和经费等要求，必要时到现场踏勘、调查与核查，并按相关程序评估能力和资源是否能满足监测任务的需求。

7.2.1.3 监测方案一般包括：监测目的和要求、监测点位、监测项目和频次、样品采集方法和要求、监测分析方法和依据、质量保证与质量控制（QA/QC）要求、监测结果的评价标准（需要时）、监测时间安排、提交报告的日期和对外委托情况等。对于常规、简单和例行的监测任务，监测方案可以简化。

7.2.1.4 质量保证与质量控制（QA/QC）要求涉及监测活动全程序的质量保证措施和质量控制指标。

### **7.2.2 监测点位布设**

监测点位根据监测对象、污染物性质和数据的预期用途等，按国家环境保护标准、其他的国家标准和其他行业标准、相关技术规范 and 规定进行设置，保证监测信息的代表性和完整性。样本的时空分布能反映主要污染物的浓度水平、波动范围和变化规律。重要的监测点位设置专用标志。

## **7.3 样品采集、保存、流转、制备与分析的质量保证与控制**

### **7.3.1 样品采集**

7.3.1.1 根据监测方案所确定的采样点位、污染物项目、频次、时间和方法进行采样。必要时制订采样计划，内容包括：采样时间和路线、采样人员和分工、采样器材、交通工具以及安全保障等。

7.3.1.2 采样人员充分了解监测任务的目的是要求，了解监测点位的周边情况，掌握采样方法、监测项目、采样质量保证措施、样品的保存技术和采样量等，做好采样前的准备。

7.3.1.3采集样品时，满足相的规范要求，并对采样准备工作和采样过程实行必要的质量监督。需要时，可使用定位仪或照相机等辅助设备证实采样点位置。

### 7.3.2样品管理

#### 7.3.2.1样品运输与交接

样品运输过程中采取措施保证样品性质稳定，避免沾污、损失和丢失。样品接收、核查和发放各环节受控；样品交接记录、样品标签及其包装完整。若发现样品有异常或处于损坏状态，如实记录，并尽快采取相关处理措施，必要时重新采样。

#### 7.3.2.2样品保存

样品分区存放，并有明显标志，以免混淆。样品保存条件符合相关标准或技术规范要求。

### 7.3.3实验室分析质量控制

#### 7.3.3.1内部质量控制

监测人员执行相监测方法中的质量保证与质量控制规定，此外还可以采取以下内部质量控制措施。

##### (1) 空白样品

空白样品（包括全程序空白、采样器具空白、运输空白、现场空白和实验室空白等）测定结果一般低于方法检出限。

一般情况下，不从样品测定结果中扣除全程序空白样品的测定结果。

##### (2) 校准曲线

采用校准曲线法进行定量分析时，仅限在其线性范围内使用。必要时，对校准曲线的相关性、精密度和置信区间进行统计分析，检验斜率、截距和相关系数是否满足标准方法的要求。若不满足，需从分析方法、仪器设备、量器、试剂和操作等方面查找原因，改进后重新绘制校准曲线。

校准曲线不得长期使用，不得相互借用。一般情况下，校准曲线与

样品测定同时进行。

### (3) 方法检出限和测定下限

开展新的监测项目前，通过实验确定方法检出限，并满足方法要求。方法检出限和测定下限的计算方法执行HJ168o

### (4) 平行样测定

按方法要求随机抽取一定比例的样品做平行样品测定。

### (5) 加标回收率测定

加标回收实验包括空白加标、基体加标及基体加标平行等。空白加标在与样品相同的前处理和测定条件下进行分析。基体加标和基体加标平行是在样品前处理之前加标，加标样品与样品在相同的前处理和测定条件下进行分析。在实际用时注意加标物质的形态、加标量和加标的基体。加标量一般为样品浓度的0.5~3倍，且加标后的总浓度不超过分析方法的测定上限。样品中待测物浓度在方法检出限附近时，加标量控制在校准曲线的低浓度范围。加标后样品体积无显著变化，否则在计算回收率时考虑这项因素。每批相同基体类型的样品随机抽取一定比例样品进行加标回收及其平行样测定。

### (6) 标准样品/有证标准物质测定

监测工作中使用标准样品/有证标准物质或能够溯源到国家基准的物质。有标准样品/有证标准物质的管理程序，对其购置、核查、使用、运输、存储和安全处置等进行规定。

标准样品/有证标准物质与样品同步测定。进行质量控制时，标准样品/有证标准物质不与绘制校准曲线的标准溶液来源相同。

尽可能选择与样品基体类似的标准样品/证标准物质进行测定，用于评价分析方法的准确度或检查实验室（或操作人员）是否存在系统误差。

### (7) 质量控制图

日常分析时，质量控制样品与被测样品同时进行分析，将质量控制样品的测定结果标于质量控制图中，判断分析过程是否处于受控状态。



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，虽分析结果可以接受，但有失控倾向，予以注意。

#### (8) 方法比对或仪器比对

对同一样品或一组样品可用不同的方法或不同的仪器进行比对测定分析，以检查分析结果的一致性。

#### 7.3.3.2 外部质量控制

外部质量控制指本机构内质量管理人员对监测人员或行政主管部门和上级环境监测机构对下级机构监测活动的质量控制，可采取以下措施：

##### (1) 密码平行样

质量管理人员根据实际情况，按一定比例随机抽取样品作为密码平行样，交付监测人员进行测定。若平行样测定偏差超出规定允许偏差范围，在样品有效保存期内补测；若补测结果仍超出规定的允许偏差，说明该批次样品测定结果失控，查找原因，纠正后重新测定，必要时重新采样。

##### (2) 密码质量控制样及密码加标样

由质量管理人员使用有证标准样品/标准物质作为密码质量控制样品，或在随机抽取的常规样品中加入适量标准样品/标准物质制成密码加标样，交付监测人员进行测定。如果质量控制样品的测定结果在给定的不确定度范围内，则说明该批次样品测定结果受控。反之，该批次样品测定结果作废，查找原因，纠正后重新测定。

##### (3) 人员比对

不同分析人员采用同一分析方法、在同样的条件下对同一样品进行测定，比对结果达到相的质量控制要求。

##### (4) 实验室间比对

可采用能力验证、比对测试或质量控制考核等方式进行实验室间比

对，证明各实验室间的监测数据的可比性。

#### (5) 留样复测

对于稳定的、测定过的样品保存一定时间后，若仍在测定有效期内，可进行重新测定。将两次测定结果进行比较，以评价该样品测定结果的可靠性。

### 7.3.4 数据处理

7.3.4.1 保证监测数据的完整性，确保全面、客观地反映监测结果。不得利用数据有效性规则，达到不正当的目的；不得选择性地舍弃不利数据，人为干预监测和评价结果。

#### 7.3.4.2 有效数字及数值修约

(1) 数值修约和计算按照GB/T8170和相关环境监测分析方法标准的要求执行。

(2) 记录测定数值时，同时考虑计量器具的精密度、准确度和读数误差。对检定合格的计量器具，有效数字位数可以记录到最小分度值，最多保留一位不确定数字。

(3) 精密度一般只取1~2位有效数字。

(4) 校准曲线相关系数只舍不入，保留到小数点后第一个非9数字。如果小数点后多于4个9，最多保留4位。校准曲线斜率的有效位数，与自变量的有效数字位数相等。校准曲线截距的最后一位数，与因变量的最后一位数取齐。

#### 7.3.4.3 异常值的判断和处理

异常值的判断和处理执行GB/T4883，当出现异常高值时，查找原因，原因不明的异常高值不随意剔除。

#### 7.3.4.4 数据校核及审核

(1) 对原始数据和拷贝数据进行校核。对可疑数据，与样品分析的原始记录进行校对。

(2) 监测原始记录有监测人员和校核人员的签名。监测人员负责填写原始记录；校核人员检查数据记录是否完整、抄写或录入计算机时是

否有误、数据是否异常等，并考虑以下因素：监测方法、监测条件、数据的有效位数、数据计算和处理过程、法定计量单位和质量控制数据等。

(3) 审核人员对数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核，重点考虑以下因素：监测点位；监测工况；与历史数据的比较；总量与分量的逻辑关系；同一监测点位的同一监测因子，连续多次监测结果之间的变化趋势；同一监测点位、同一时间（段）的样品，有关联的监测因子分析结果的相关性和合理性等。

#### 7.3.4.5 监测结果的表示

(1) 监测结果采用法定计量单位。

(2) 平行样的测定结果在允许偏差范围内时，用其平均值报告测定结果。

(3) 监测结果低于方法检出限时，用“ND”表示，并注明“ND”表示未检出，同时给出方法检出限值。

(4) 需要时，给出监测结果的不确定度范围。

方城县环境卫生管理局

(方城县生活垃圾处理场)

二零二二年五月十日