附件 10

第三次全国土壤普查
全程质量控制技术规范
（征求意见稿）

国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室

2022 年 3 月

目　　次

1 适用范围.....1
2 总则.....1
3 样品采集.....3
3.1 内部质量保证与质量控制.....3
3.2 外部质量监督检查.....5
4 样品制备、保存与流转.....8
4.1 内部质量保证与质量控制.....9
4.2 外部质量监督检查.....12
5 样品检测.....14
5.1 内部质量保证与质量控制.....14
5.2 外部质量监督检查.....21
6 数据审核.....25
6.1 人员.....25
6.2 数据完整性.....25
6.3 数据规范性.....27
6.4 数据准确性.....27
6.5 有关要求.....29
附件 1 样品采集质量控制检查记录.....30
附件 2 样品制备、保存与流转质量控制检查记录.....32
附件 3 检测实验室质量控制电子数据填报记录.....34

1 适用范围

本技术规范是对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。

本技术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 总则

2.1 各省（区、市）第三次全国土壤普查领导小组办公室根据本省（区、市）土壤三普实施方案和本技术规范牵头制定本省（区、市）土壤三普质量控制实施方案。

2.2 土壤三普实施三级质量控制机制，即单位内部质量保证与质量控制、省级质量监督检查和国家级质量监督检查。其中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。全程质量控制具体流程见图 1。

2.2.1 单位内部质量保证与质量控制。内部质量保证与质量控制由承担样品采集、制备、保存、流转和检测等有关单位负责。按照本技术规范，完善内部质量管理制度、制定质量保证措施、实施质量控制、开展人员培训监督等。同时，自觉接受国家级和省级外部质量监督检查，从严落实全过程质量控制措施。

2.2.2 省级质量控制和监督检查。由省级第三次全国土壤普查领导小组办公室组建专家组，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，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接受国家级工作指导。

2.2.3 国家级质量控制和监督检查。由国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室组建专家组，负责全国样品采集、数据审核环节质量控制；筛选确定国家级质量控制实验室，负责全国样品制备、保存、流转、检测等环节质量控制。国家级需为省级质量控制和监督检查工作提供指导。

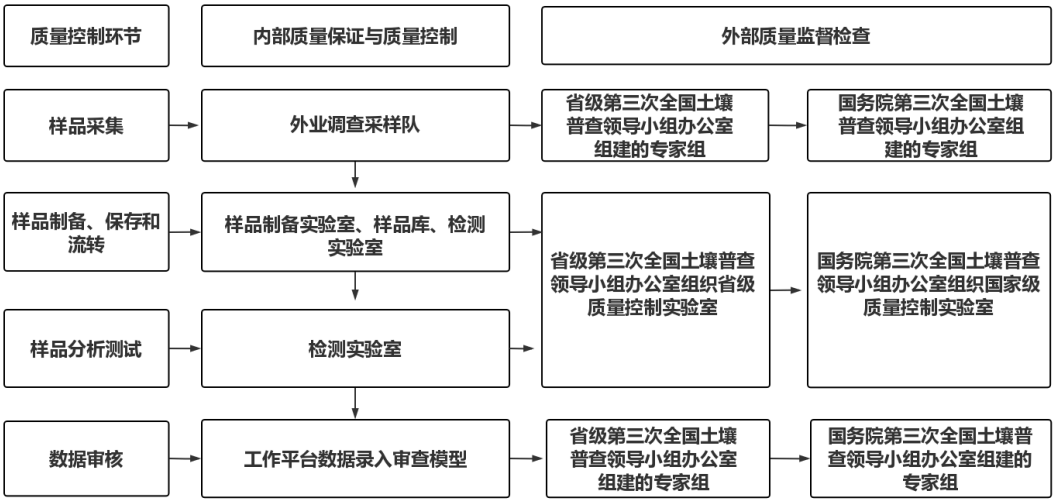


图 1 全程质量控制流程

2.3 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。省级第三次全国土壤普查领导小组办公室负责编制本省（区、市）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）。国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室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）。

2.4 省级质量监督检查、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，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。

3 样品采集

各省（区、市）根据土壤采集实际需要，组建外业调查采样队，应严格按照《第三次全国土壤普查野外调查与采样规范》开展外业调查和采样工作。本环节质量控制包括单位内部开展的质量保证和质量控制措施，国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室和省级第三次全国土壤普查领导小组办公室分别组建专家组开展的外部质量监督检查。

3.1 内部质量保证与质量控制

3.1.1 单位及人员

采样人员需接受国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室或省级第三次全国土壤普查领导小组办公室统一组织的集中培训且通过考核获得培训证书。培训证书与土壤三普工作平台相关联，建立质量追溯体系。省级第三次全国土壤普查领导小组办公室负责组建外业调查采样队，采样队需具备专业采样经验。每个外业调查采样队至少指定1名质量检查员（需具备土壤学专业背景），负责对本采样队工作质量进行检查。

3.1.2 采样点位

3.1.2.1 点位确认

外业调查采样队按照统一配置的外业采样终端设备指示到达指定采样区域，采样区域需在“电子围栏”范围内方可采样。若指定采样区域不具备采样条件，需就近选择符合条件的替代点，进行样点现场调整和调查采样，并及时提交变更后的点位调查信息。剖面样点需按照最大代表性原则和土地利用主导性原则选点挖掘。

3.1.2.2 点位信息

采样人员通过外业采样终端设备记录点位信息，拍摄采样点附近景观照片（东、南、西、北四个方位）和采样工作照片（表层样要体现多点取样、剖面样要体现层次划分、盐碱土剖面水样采集过程等），保存和上传点位信息到土壤普查工作平台。剖面土壤样品在记录经纬度的基础上，还需上传全剖面照片和局部特写照片。

3.1.3 样品采集

3.1.3.1 采样要求

按照《第三次全国土壤普查野外调查与采样技术规范》要求，科学采集符合数量、重量、层次或深度要求的表层土样、剖面土样、原状土样和水样（盐碱土剖面采集地下水样和灌溉水样）。对照上述规范，检查样品采集是否符合要求，判断土样是否沾污，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。

3.1.3.2 样品标识

样品按照检测项目要求，分类包装并明确标识，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。剖面整段标本和纸盒样品要保证运输过程中完整性，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。

3.1.4 质控要求

3.1.4.1 外业调查采样队上传的采样信息自查率应达100%。重点对采样位置偏移电子围栏的点位信息开展检查。

3.1.4.2 外业调查采样队完成采样自查后，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，土壤样品统一提交样品制备实验室，水样提交省级质量控制实验室。

3.1.5 问题与处理

3.1.5.1 外业调查采样队发现存在取样方法（含密码平行样未按要求取样分配）、取样深度、取样量不符合要求，或样品沾污等质量问题的，应自觉重新采集发现问题的样品。

3.1.5.2 对于发现外业调查采样队存在的共性问题，省级第三次全国土壤普查领导小组办公室应加强人员培训和质量监督检查等。

3.2 外部质量监督检查

外业调查采样队上传到土壤普查工作平台的外业调查采样信息，需经省级第三次全国土壤普查领导小组办公室审核后方可确认。国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室

和省级第三次全国土壤普查领导小组办公室采取资料检查与现场检查相结合的方式开展质量监督检查。质量监督检查工作由野外工作经验丰富、精通土壤物理化学性质的专家参与实施。

3.2.1 资料检查

资料检查重点对上传到土壤普查工作平台上的采样点信息、记录等进行检查。

3.2.1.1 检查内容

3.2.1.1.1 采样点位图检查：采样点符合性、采样点位移情况。

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

3.2.1.1.3 采样环节自检情况检查：外业调查采样队自查确认信息。

3.2.1.2 检查要求

3.2.1.2.1 省级检查采样文件资料应不低于本区域采样任务的 5%，重点检查位置发生明显偏移电子围栏范围文件资料，以及外业调查采样队内部质量保证中发现存在问题的点位采样资料。国家级检查采样文件资料应不低于全国采样任务的 2‰，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。

3.2.2 现场检查

在文件资料检查的基础上，配合开展现场检查。现场检查在外业调查采样过程中配合开展，覆盖全采样周期。

3.2.2.1 检查内容

3.2.2.1.1 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（是否在电子围栏内）；剖面点位、深度、观察面方向等。

3.2.2.1.2 采样方法检查：采样深度、单点采样、多点混合采样，采样人员操作、采样工具等；剖面发生层次样品采集、剖面纸盒样品采集、整段标本采集等操作。

3.2.2.1.3 采样记录检查：样点信息、剖面形态观察与记载信息、样品信息、工作信息等。

3.2.2.1.4 样品检查：样品标签、样品重量和数量、样品包装容器材质、样品防沾污措施等。

3.2.2.1.5 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。

3.2.2.1.6 样品包装及运输检查：土壤样品运输箱、装运记录等。

3.2.2.2 检查要求

3.2.2.2.1 省级现场检查应不低于本区域内采样任务的5‰，尽可能覆盖每个外业调查采样队，重点针对外业调查采样队自查或文件资料检查时发现严重问题的点位必须开展现场检查。国家现场检查应不低于全国采样任务的 2‰，重点对省级质量监督检查中发现严重问题的点位进行现场

检查。每个检查组不少于3人。

3.2.2.2.2 其他要求

国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室和省级第三次全国土壤普查领导小组办公室开展的样品采集外部质量监督检查、技术指导等工作，要尽量与外业调查采样队现场调查工作结合，建立“随时发现问题、随时解决问题”的工作机制。

3.2.3 问题发现与处理

对检查中发现的问题，质量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责令其采取适当的纠正和预防措施。通过加强人员培训、提高检查比例、重新采集相关样品、更新点位信息资料等方式建立健全样品采集环节质量监督检查长效机制。

3.2.4 样品采集环节质量控制检查记录（附件1）通过采样终端设备上传土壤普查工作平台质量控制模块。

4 样品制备、保存与流转

样品制备实验室等单位应严格按照《第三次全国土壤普查样品制备、保存、流转和检测技术规范》开展样品制备、保存和流转等工作。本环节质量控制包括制备、保存、流转等任务单位开展的内部质量保证与质量控制，国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室、省级第三次全国土壤普查领导小组办公室分别组织国家级质量控制实验室、省级质量控制实验室开展外部质量监督检查等。

4.1 内部质量保证与质量控制

4.1.1 样品制备

4.1.1.1 单位及人员

制样人员需通过国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室或省级第三次全国土壤普查领导小组办公室统一组织的集中培训，取得培训结业证书。样品制备实验室确定若干制样小组，每个样品制备实验室、制样小组分别至少确定1名样品制备质量检查员负责样品制备质量检查工作。

4.1.1.2 制样场地

满足土壤样品制备的场地要求。应分设相应数量的风干室和制样室。

风干室应通风良好、整洁、防尘、无易挥发性化学物质，并避免阳光直射。

制样室应通风良好，每个制样工位应做适当隔离。

制样室内应具备宽带网络条件，并安装在线全方位监控摄像头，随时接受国家级或省级质量控制实验室的远程实时检查。

4.1.1.3 制样工具

应具备足量的符合制样要求的工具，应避免使用含有待测组分或测试有干扰的材料制成的制备样品工具和包装容器。每制备完成一个样品后，应确保设备清洗干净，避免制样过程的交叉污染。

4.1.1.4 制样流程

样品干燥、研磨、筛分、混匀、缩分、装瓶等过程符合要求。

4.1.1.5 有关要求

4.1.1.5.1 制样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。

4.1.1.5.2 样品制备实验室通过监控摄像对制样小组制样工作进行实时检查。同时，检查样品标识清晰、信息完整等情况，制样质量内部检查应覆盖制样全周期、工作量100%，同时核查土壤样品制备记录表。

4.1.2 样品保存

4.1.2.1 人员

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和能力确认，并保留相应的培训和能力确认记录。

4.1.2.2 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。

4.1.2.3 样品管理

样品管理员和承担土壤三普样品制备、流转、保存和检测的各单位应定期对库存样品的状态（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。样品库自查样品库样品，样品制备实验室自查留

存样品和待送检样品，检测实验室自查预留样品和检测样品。及时发现问题并采取纠正和预防措施。

4.1.3 样品流转

4.1.3.1 样品制备实验室按照有关产品状态、数量等要求将样品流转到检测实验室和样品库，并将剩余样品留存备用。

4.1.3.2 收样单位（检测实验室、样品库）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：样品标识、重量、数量、状态、包装容器、样品应送达时限、寄样人等。

4.1.3.3 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（区、市）质量控制实验室。

样品无编号、编号混乱或有重号。

样品在运输过程中受到破损或沾污。

样品重量或数量不符合规定要求。

样品不满足原状土要求。

样品粒径不符合规定要求。

样品经验收合格后，收样单位样品管理员应在土壤样品交接记录表上签字，注明接样日期、接样人等信息，并返回给样品制备中心。

4.1.3.4 有关要求

在土壤样品转流到检测实验室前，省级质量控制实验室在送检样品中插入密码平行样品和质控样品，并进行样品转

码，再发送到检测实验室。

4.1.4 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问题，各单位和省级质量控制实验室应及时采取预防和纠正措施。

4.2 外部质量监督检查

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。

4.2.1 样品制备

4.2.1.1 制样人员检查：是否通过专业培训，取得培训结业证书。

4.2.1.2 制样场所检查：影像监控设备、环境条件、防污染措施是否符合要求。

4.2.1.3 制样工具检查：磨样设备、样品筛、辅助制样工具等是否齐全、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，制样工具在每次样品制备完成后是否及时清洁。

4.2.1.4 制样流程检查：样品风干、研磨、筛分、混匀、缩分、装瓶过程是否规范。

4.2.1.5 已加工样品检查：样品瓶标签、样品重量和数量、样品粒径、样品包装和保存是否规范，留存样品保存条件是否规范。

4.2.1.6 制样原始记录检查：影像监控记录的完整性、记录表填写内容完整性、准确性、真实性、原始性等。

4.2.1.7 制样自检信息检查: 检查三普工作平台中制样小组和样品制备实验室检查人员提交的检查信息等。

4.2.2 样品保存

4.2.2.1 人员: 检查样品管理员是否有培训和能力确认记录等。

4.2.2.2 保存条件: 检查样品贮存场所是否满足《第三次全国土壤普查样品制备、保存、流转和检测技术规范》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。

4.2.2.3 定期检查: 应对库存样品的状态，样品保存条件、环境条件监控记录和出入库等进行检查。

4.2.2.4 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。

4.2.3 样品流转

4.2.3.1 样品交接记录表检查: 交接内容是否填写完整、规范等。

4.2.3.2 流转样品中密码平行样品和质控样品添加是否符合要求（仅国家级质量控制实验室检查）。

4.2.4 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%，国家级质量控制实验室在省级检查的基础上随机抽查。检查工作覆盖制样、保存和流转工作周期。

4.2.5 问题发现与处理

对检查中发现的问题，质量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。通过加强人员培训、提高检查比例、调取留存样品、重新制备相关样品的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。

4.2.6 样品制备、保存与流转环节质量控制检查记录（附件 2）需及时上传土壤普查工作平台质量控制模块。

5 样品检测

省级第三次全国土壤普查领导小组办公室在《第三次全国土壤普查检测实验室名录》中确定本区域样品检测实验室。检测实验室应严格按照《第三次全国土壤普查样品制备、保存、流转和检测技术规范》开展样品检测工作。本环节质量控制包括检测实验室开展的内部质量保证与质量控制，国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室、省级第三次全国土壤普查领导小组办公室分别组织国家级质量控制实验室、省级质量控制实验室开展的外部质量监督检查等。

5.1 内部质量保证与质量控制

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暨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，建立并实施质量保证体系，及时发现和预见问题，有针对性地采取纠正和预防措施。

5.1.1 样品细磨

样品细磨时，用四分法或多点取样法从过 2mm 孔径筛土样中分取。确保细磨场地通风、隔离，细磨工具符合要求，避免交叉污染，现场填写制样记录。

5.1.2 检测方法的选择与验证

5.1.2.1 检测实验室应根据实际情况选用《第三次全国土壤普查样品制备、保存、流转和检测技术规范》中推荐的检测方法。

5.1.2.2 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，并形成相关质量记录。

5.1.3 空白试验

5.1.3.1 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，要求每批次分析样品应至少 2 个空白试验。

5.1.3.2 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。

5.1.4 仪器设备定量校核

5.1.4.1 标准物质

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。

5.1.4.2 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 $r > 0.999$。

5.1.4.3 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。

5.1.5 精密度控制

5.1.5.1 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。

5.1.5.2 由实验室质量控制人员采取平行双样密码分析或留样复测的方式开展质量控制。

5.1.5.3 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。

5.1.5.4 平行双样检测合格率按每批次同类型样品中单个检测项目进行统计，一般统计单元为 1000 个样品，计算公式如下:

$$合格率(\%) = \frac{合格样品数}{总分析样品数} \times 100$$

对平行双样检测合格率要求应达到 95%。当合格率小于 95%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。除对不合格结果重新检测外，应再增加 5%~15%的平行双样分析比例，直至总合格率达到 95%。

5.1.6 正确度控制

5.1.6.1 使用标准物质

5.1.6.1.1 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 个标准物质。

表 1 土壤样品检测精密度和准确度允许范围

检测项目	含量范围（mg/kg）	精密度		准确度
		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 10～20 ＞20	20 15 10	30 20 15	30 20 15
总铜	＜20 20～30 ＞30	20 15 10	25 20 15	25 20 15
总铅	＜20 20～40 ＞40	25 20 15	30 25 20	30 25 20
总铬	＜50 50～90 ＞90	20 15 10	25 20 15	25 20 15
总锌	＜50 50～90 ＞90	20 15 10	25 20 15	25 20 15
总镍	＜20 20～40 ＞40	20 15 10	25 20 15	25 20 15
其余无机检测项目	＜0.1 0.1～1 1.0～10 10～100 100～1000 ＞1000	35 30 20 15 10 5	40 35 30 25 20 10	40 35 25 20 15 10

5.1.6.1.2 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土壤三普送检样品重新进行检测。

5.1.6.2 绘制质量控制图

5.1.6.2.1 必要时，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。

5.1.6.2.2 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、$\bar{x}$±2s作为上下警告线、$\bar{x}$±3s作为

上下控制线绘制。

5.1.6.2.3 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。

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。

——连续 3 点中有 2 点落在中心线同一侧的上下警告线以外；

——连续 5 点落在中心线同一侧的 1 倍标准偏差（s）以外；

——连续 9 点或更多点落在中心线同一侧；

——连续 7 点递增或递减。

5.1.7 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。

5.1.8 检测数据记录与审核

5.1.8.1 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。

5.1.8.2 检测人员应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。

5.1.8.3 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。

5.1.8.4 检测人员负责按照相关要求，如实填写原始记录。

5.1.8.5 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。

5.1.8.6 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。

5.1.8.7 检测结果低于方法检出限时，注明未检出，同时给出本实验室的方法检出限值。

5.1.9 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。报告内容包括：

5.1.9.1 承担的任务基本情况介绍；

5.1.9.2 选用的检测方法，以及确认结果；

5.1.9.3 样品检测精密度控制合格率；

5.1.9.4 样品检测正确度控制合格率；

5.1.9.5 异常样品复检合格率；

5.1.9.6 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;

5.1.9.7 总体质量评价。

5.2 外部质量监督检查

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。

5.2.1 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。密码平行样品随同批次土壤样品流转到检测实验室进行检测。

5.2.1.1 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。

RD 计算公式如下:

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

5.2.1.2 实验室内密码平行样品检测质量累积合格率应达到 90%。

5.2.1.3 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承担样品检测任务的实验室对留样进行复检。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统一监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。

5.2.2 质控样品

质控样品是一种理化性质和组成足够均匀稳定的外部质量控制样品，用于评价实验室检测的准确度，以控制系统误差。质控样品随普查样品一起流转到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。

5.2.2.1 质控样品测试结果的准确度以相对误差（RE）表示。将质控样品的检测结果（x）与其给定值（μ）进行比较，计算相对误差（RE）。

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

5.2.2.2 实验室对质控样品检测质量累积合格率应达到85%。

5.2.2.3 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，同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，直至质控样品复检累积合格率达到规定要求。

5.2.3 能力验证

国务院土壤三普领导小组办公室每年组织开展能力验证考核。通过3年能力验证考核，实现对所有检测实验室全覆盖。能力验证结果不合格的，限期进行整改，整改依然不合格的从土壤三普实验室名录中删除，不再承担检测任务。

5.2.4 留样抽检

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。

5.2.4.1 省级抽检量不低于本区域检测样品量的 5‰，国家抽检量不低于检测样品量的3‰。

5.2.4.2 留样复测结果的合格率应达到80%以上。

5.2.4.3 留样抽检不合格，省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进行复检。留样抽检过程精密度和正确度参考表1。

5.2.5 飞行检查

飞行检查由国家级质量控制实验室会同省级质量控制实验室共同进行。省级质量控制实验室负责具体实施，国家级质量控制实验室对实施过程进行监督指导，并对各省级质

量控制实验室飞行检查结果进行备案。飞行检查实行专家组长负责制，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耕地土壤检测、相关业务 5 年以上。

5.2.6 实验室外部质量评价

5.2.6.1 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。

5.2.6.2 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。

5.2.6.3 留样抽检结果质量评价: 留样复测两次测定结果的相对偏差（RD）应满足表 1 中实验室室间相对偏差要求。

5.2.7 检测结果报告

5.2.7.1 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、外部质量控制数据。

5.2.7.2 检测实验室应在每批次送检样品检测完成后一周内，向省（区、市）的质量控制实验室报送该批次送检样品的纸质检测报告和土壤普查工作平台导出的电子数据。

5.2.7.3 各省（区、市）样品检测结果统一由省级质量控制实验室审核后确认上报。

5.3 检测实验室质量控制电子数据填报记录（附件 3）需及时上传土壤普查工作平台质量控制模块。

6 数据审核

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。本环节质量控制包括省级第三次全国土壤普查领导小组办公室组建专家组开展数据审核，国务院土壤三普工作领导小组组建专家组开展数据质量监督检查等。

6.1 人员

6.1.1 专业背景

数据入库审核需由国家级或省级科研、教学和推广领域从事土肥工作 10 年以上或具有高级专业技术职称的专家负责，每个审查或抽查组负责专家至少 2 名。

6.1.2 人员培训

国家层面组织对各省（区、市）负责数据入库审核的专家进行集中培训，培训内容包括普查数据的完整性、规范性和准确性审查等。

6.2 数据完整性

外业调查采样环节，采用“电子围栏”管理软件，对采样位置和填报信息进行管理，建立全程数据可信追溯模块，确保信息填报的完整性。内业测试化验环节，通过数据入库接口对数据的完整性进行筛查。质量控制则对上报数据时的缺失信息进行校核处理。

6.2.1 文本型数据缺失

6.2.1.1 外业调查“电子围栏”提醒：通过外业调查“电子围栏”管理软件对采样点及剖面调查时填报的文本数据缺失进行提醒（针对野外网络未覆盖，需离线上传的点位）。

6.2.1.2 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。

6.2.1.3 属性提取：根据空间位置信息从工作底图上提取缺失数据。

6.2.1.4 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换取数据的完整性。

6.2.2 数值型数据缺失

6.2.2.1 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。

6.2.2.2 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。

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

6.2.2.4 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。

6.2.2.5 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。

6.2.3 图片型数据缺失

6.2.3.1 外业调查“电子围栏”提醒：通过外业调查“电子围栏”管理软件对采样点及剖面调查时拍摄照片的上传进行缺失提醒（针对野外网络未覆盖，需离线上传的点位）。

6.2.3.2 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。

6.3 数据规范性

采用数据库审查相关模块，对入库数据规范性进行审查。

6.3.1 拼写错误

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

6.3.2 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《土壤分类与代码》（GB 17296）；项目中行政信息的变更造成的不一致等。

6.3.3 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 ppm 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，按照内业测试技术规范统一指标有效位数、计量单位等，按照数据库内置数据字典统一指标名称和相关信息等。

6.4 数据准确性

6.4.1 文本型数据

6.4.1.1 唯一值

对指标做唯一值计数统计，查看指标描述是否符合数据库格式要求，是否存在问题，如数据未标准化、描述信息出现错别字、同音字等。

6.4.1.2 处理方法：描述修改、补充（人工），在数据录入时采用选择项或自填项，尽量确保数据准确性。例如：行政信息按照民政部行政区划信息统一；经纬度按照工作底图和制图规范，统一点位经纬度坐标信息；土壤类型信息按照《土壤分类与代码》（GB 17296）统一；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。

6.4.2 数值型数据

6.4.2.1 不精确值或错值

主要包括指标检测不准确、位置信息不准确、数据录入错误等。

6.4.2.2 处理方法：建立土壤主要指标数据质量审查模型，采用设定阈值、指标相关关系等方式，对入库数据进行单点、单指标异常值、批量数据合理性等方面进行审查。

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。

箱型图：箱形图是一种用作显示一组数据分散情况资料的统计图，主要用于反映原始数据分布的特征。异常值通常

被定义为小于 QL - l.5 IQR 或者 大于 Qu + 1.5 IQR 的值（QL 称为下四分位数， Qu 称为上四分位数，IQR 称为四分位数间距）。

Z 分数：如果指标数据服从正态分布，异常值是远离数据平均值，分布两端的数据点。使用公式（x 是指标值，μ是平均值，δ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。

空间分析：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围绕的值）。

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。

6.5 有关要求

省级第三次全国土壤普查领导小组办公室组建的专家组负责本区域全部入库数据审核，确认后再上报土壤普查工作平台。国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室组建的专家组对各省（区、市）上报数据进行质量监督检查，检查比例不少于 2‰。对于发现问题的数据，组织重新补报。

附件 1

样品采集质量控制检查记录

表 1-1 采样文件资料检查记录

<table>
<tr><td colspan="10">采样地区：_____省_____市_____县</td></tr>
<tr><td rowspan="2">检查日期</td><td rowspan="2">外业调查采样队代码</td><td rowspan="2">样点编号</td><td colspan="3">采样点位图检查</td><td colspan="3">采样记录和照片检查</td><td rowspan="2">发现的问题及处理意见</td></tr>
<tr><td>样点合理性</td><td>丢失点位</td><td>布设点位位移情况</td><td>漏记项目</td><td>错记项目</td><td>景观照片、工作照片是否齐全、清晰</td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td>改正情况</td><td colspan="5"></td><td>审核意见</td><td colspan="3"></td></tr>
<tr><td colspan="10">注：分别按照检查内容填写，点位图、样品检查存在问题均用文字记录；记录发生问题的项目栏。</td></tr>
<tr><td colspan="5">检查人：</td><td colspan="5">检查组长：</td></tr>
</table>

表 1-2 采样现场检查记录

采样地区：_____省_____市_____县

检查日期	外业调查采样队代码	样点编号	采样点检查							采样方法检查					采样记录检查				样品检查					样品交接	发现的问题及处理意见
			样点的代表性与合理性	经度/度	纬度/度	误差/米	剖面点位	剖面深度	观察面设置	采样深度	单点或多点混合	剖面发生层样品	剖面纸盒样品	整段标本	样点信息	剖面形态观察与记载信息	样品信息	工作信息	样品重量	样品数量	样品标签	包装容器	防沾污措施	交接程序	
改正情况															审核意见										
注：点位检查栏中经度、纬度为现场检查坐标，应准确至小数点后 5 位；误差为实地检查坐标与布点采样坐标之间的距离，其他各检查项均用文字记录。																									
检查人：															检查组长：										

附件 2

样品制备、保存与流转质量控制检查记录

表 2-1 样品制备加工检查记录

检查日期	制样单位	制样小组	样品编号	制样场所			制样工具			制样流程						已加工样品				制样记录		发现问题及处理意见
				影响监控设备	环境条件	防污染措施	磨样设备	样品筛	分装容器	干燥	研磨	筛分	混匀	缩分	装瓶	标签	重量	粒度	包装	完整性	及时性	
改进情况													审核意见									
注：用文字记录检查发现的问题																						
检查人：													检查组长：									

2-2 样品交接记录

送样单位：_____送样单位代码：_____送样负责人：_____送样日期：____							
样包编号	检测项目	样品数量	符合性检查				
			样品重量	包装完好	标签完好	保存温度	送检时间
存在问题：							
接样单位：　　接样单位代码：　　接样负责人：　　接样日期：　年　月　日							

2-3 样品保存检查记录

保存单位代码	样品编号	检查内容				
		样品标识	包装容器	样品状态	保存条件	日常检查记录
发现的问题及处理意见：				改进情况：		
检查人： 年　月　日				整改人： 年　月　日		

附件 3

检测实验室质量控制电子数据填报记录

表 3-1 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

3-2 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	检测值 A	检测值 B	相对偏差 RD	结果评价	检测人员

3-3 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

3-4 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	标准值及其不约定性	检测结果	相对误差 RE	结果评价	检测人员

3-5 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

3-6 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 RD	结果评价	检测人员

3-7 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