

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
氯仿	1.1×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
氯甲烷	1.0×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
氯苯	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
甲苯	1.3×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
苯	1.9×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
苯乙烯	1.1×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
邻二甲苯	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
顺式-1,2-二氯乙烯	1.3×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
2-氯苯酚	0.06 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
蒽	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
二苯并[a,h]蒽	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
硝基苯	0.09 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
苯并[a]芘	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
苯并[a]蒽	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
苯并[b]荧蒽	0.2 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
苯并[k]荧蒽	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
茚并[1,2,3-cd]芘	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
萘	0.09 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
苯胺	0.01 mg/kg	GB 5085.3-2007 附录 K	气相色谱-质谱法
4-甲基苯酚	0.1 mg/kg	HJ 834-2017	气相色谱-质谱法
锡*	0.800 mg/kg	ISO 22036-2008	用电感耦合等离子体原子发射光谱法

表 9 地下水检测项目检出限、检测标准

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
pH 值	/	HJ 1147-2020	电极法
色度	5 度	GB/T 11903-1989	铂钴比色法
浑浊度	0.3 NTU	HJ 1075-2019	浊度计法
臭和味	/	GB/T 5750.4-2006 (3.1)	嗅气和尝味法
肉眼可见物	/	GB/T 5750.4-2006 (4.1)	直接观察法

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
耗氧量	0.50 mg/L	GB/T 11892-1989	酸性高锰酸盐指数滴定法
溶解性固体总量	4 mg/L	DZ/T 0064.9-2021	重量法
氨氮	0.025 mg/L	HJ 535-2009	纳氏试剂分光光度法
硝酸盐氮	0.08 mg/L	HJ/T 346-2007	紫外分光光度法
亚硝酸盐氮	0.003 mg/L	GB/T 7493-1987	分光光度法
总硬度	5.0 mg/L	GB/T 7477-1987	EDTA 滴定法
阴离子表面活性剂	0.05 mg/L	GB/T 7494-1987	亚甲蓝分光光度法
氰化物	0.004 mg/L	HJ 484-2009	容量法和分光光度法
硫化物	0.003 mg/L	HJ 1226-2021	亚甲基蓝分光光度法
氟化物	0.05 mg/L	GB/T 7484-1987	离子选择电极法
碘化物	0.002 mg/L	HJ 778-2015	离子色谱法
挥发酚	0.0003 mg/L	HJ 503-2009	4-氨基安替比林分光光度法
硫酸盐	0.018 mg/L	HJ 84-2016	离子色谱法
氯化物	0.007 mg/L	HJ 84-2016	离子色谱法
钠	0.03 mg/L	HJ 776-2015	电感耦合等离子体发射光谱法
铜	8×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
锌	6.7×10^{-4} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
镍	6×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
总铬	1.1×10^{-4} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
钴	3×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
铁	8.2×10^{-4} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
锰	1.2×10^{-4} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
铝	1.15×10^{-3} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
铅	9×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
镉	5×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
锡	8×10^{-5} mg/L	HJ 700-2014	电感耦合等离子体质谱法
汞	4×10^{-5} mg/L	HJ 694-2014	原子荧光法
砷	3×10^{-4} mg/L	HJ 694-2014	原子荧光法
硒	4×10^{-4} mg/L	HJ 694-2014	原子荧光法

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
镉	2×10^{-4} mg/L	HJ 694-2014	原子荧光法
六价铬	0.004 mg/L	GB/T 7467-1987	二苯碳酰二肼分光光度法
细菌总数	1 CFU/mL	HJ 1000-2018	平皿计数法
总大肠菌群	2 MPN/100mL	GB/T 5750.12-2006 (2.1)	多管发酵法
可萃取性石油烃 (C ₁₀ -C ₄₀)	0.01 mg/L	HJ 894-2017	气相色谱法
四氯化碳	1.5 µg/L	HJ 639-2012	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
氯仿	1.4 µg/L	HJ 639-2012	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
甲苯	1.4 µg/L	HJ 639-2012	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
苯	1.4 µg/L	HJ 639-2012	吹扫捕集/气相色谱-质谱法

5.2 检测仪器设备

为确保检测结果溯源到国家/国际计量基准，保证检测结果准确、有效，本项目主要检测仪器设备均经过检定/校准，仪器设备均符合标准要求。主要仪器设备详见表10，实景图见下图。

表 10 主要仪器设备一览表

仪器设备	型号	仪器设备 内部编号	检定/校准 周期	最近检定/校准 日期	检定/校准单位	量值溯源 方式
原子吸收分光光度计	TAS-990F	20161751	2 年	2022/05/07	宁波市计量测试研究院	检定
等离子体原子发射光谱仪	Optima8300	2013908	2 年	2022/05/07	宁波市计量测试研究院	校准
原子吸收分光光度计	240ZAA	20192731	2 年	2021/09/13	宁波中盛产品检测有限公司	校准
原子吸收分光光度计	240ZAA	20182399	2 年	2020/11/19	宁波中盛产品检测有限公司	校准
原子荧光光度计	PF5-2	20151574	1 年	2022/05/07	宁波市计量测试研究院	检定
原子荧光光度计	PF5-2	20182381	1 年	2021/09/13	宁波中盛产品检测有限公司	校准
可见分光光度计	SP-723	20192600	1 年	2022/05/07	宁波市计量测试研究院	检定
气相色谱-质谱联用仪	8890/5977B	20192737	2 年	2021/11/05	宁波市计量测试研究院	校准
气相色谱-质谱联用仪	7890B/5977B	20182294	2 年	2020/07/31	宁波中盛产品检测有限公司	校准
气相色谱-质谱联用仪	8890/5977B	20202807	2 年	2022/01/05	宁波市计量测试研究院	校准

仪器设备	型号	仪器设备内部编号	检定/校准周期	最近检定/校准日期	检定/校准单位	量值溯源方式
气相色谱仪	GC-2030	20192736	2 年	2021/11/05	宁波市计量测试研究院	检定
pH 计	PHS-3C	20182262	1 年	2022/05/07	宁波中盛产品检测有限公司	校准
pH/mV 计	SX711	20141044	1 年	2021/11/19	宁波中盛产品检测有限公司	校准
浊度计	WGZ-2B	20192569	1 年	2022/03/16	宁波中盛产品检测有限公司	校准
离子色谱仪	ICS-1100	20192622	2 年	2021/04/16	宁波中盛产品检测有限公司	校准
紫外分光光度计	TU-1810PC	20192503	1 年	2022/03/16	宁波市计量测试研究院	检定
电子天平	BSA224S	20192604	1 年	2022/03/16	宁波中盛产品检测有限公司	校准
离子计	PXSJ-216F	20182307	1 年	2021/07/28	宁波中盛产品检测有限公司	校准
生化培养箱	SPX-150B-Z	2012682	1 年	2021/06/16	宁波市计量测试研究院	校准



图 8 气相色谱质谱联用仪和气相色谱仪

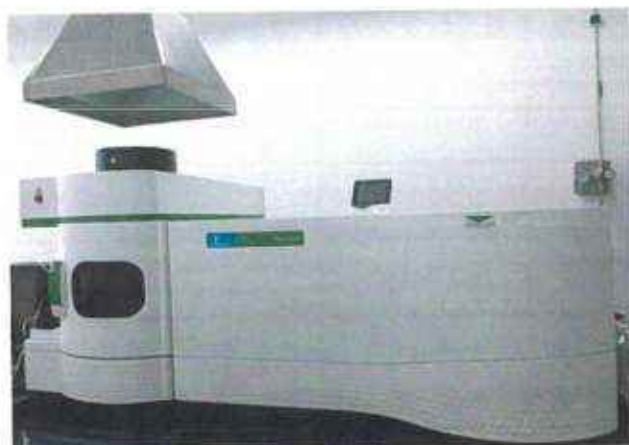


图 9 等离子体原子发射光谱仪 Optima8300



图 10 原子荧光光度计 PF52



图 11 pH计 PHS-3C



图 12 原子吸收分光光度计 240ZAA

5.3 人员

采样及检测人员严格按照标准或作业指导书所规定的程序进行采样及检测，原始记录在采样及检测活动的当时予以记录，检测数据由校核人员进行校对，校核人员具备相应项目的上岗资格。采样及检测人员持证上岗，近期均参加过土壤项目专项培训，并考核合格，主要采样及检测人员持证情况见下表。

表 11 主要采样及检测人员持证情况

主要工作人员	证书编号	发证日期	是否参加土壤项目 专项培训	本次工作内容
金鹏博	ZY-598	2020-06-07	是	采样人员/检测人员
邵剑明	ZY-163	2016-07-18	是	采样人员/检测人员
孙阳洋	ZY-353	2018-09-03	是	检测人员
朱俊凯	ZY-573	2020-04-20	是	检测人员
方晓伟	ZY-237	2017-08-28	是	检测人员
赵若阳	ZY-315	2019-08-07	是	检测人员

主要工作人员	证书编号	发证日期	是否参加土壤项目 专项培训	本次工作内容
郑科航	ZY-557	2020-04-20	是	检测人员

5.4 实验室内部质量控制

根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《地下水环境监测技术规范》（HJ 164-2020）及所选用的分析测试方法，本项目实验室内部质量控制包括空白试验、定量校准、精密度控制、准确度控制和分析测试数据记录与审核。

5.4.1 空白试验

每批次样品分析时，应进行空白试验。分析测试方法有规定的，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，要求每批样品或每 20 个样品应至少做 1 次空白试验。

空白样品分析测试结果一般应低于方法检出限。若空白样品分析测试结果低于方法检出限，可忽略不计；若空白样品分析测试结果略高于方法检出限但比较稳定，可进行多次重复试验，计算空白样品分析测试结果平均值并从样品分析测试结果中扣除；若空白样品分析测试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，并重新对样品进行分析测试。

本项目每批样品均做了空白试验，且空白样品分析测试结果均低于方法检出限。

5.4.2 定量校准

（1）标准物质

分析仪器校准首先选用有证标准物质。当没有有证标准物质时，也可用纯度较高（一般不低于 98%）、性质稳定的化学试剂直接配制仪器校准用标准溶液。本项目分析仪器校准均选用有证标准物质。

（2）校准曲线

采用校准曲线法进行定量分析时，一般至少使用 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，且最低点浓度应接近方法测定下限的水平。分析测试方法有规定时，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，校准曲线相关系数要求为 $R > 0.990$ 。

本项目校准曲线相关系数符合质控要求。

（3）仪器稳定性检查

本项目连续进样分析时，每 24 h 分析一次校准曲线中间点浓度，确认分析仪器校准曲线是否发生显著变化。分析测试方法有规定的，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，无机检测项目分析测试相对偏差应控制在 30% 以内，有机检测项目分析测试相对偏差应控制在 50% 以内，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新分析测试该批次全

部样品。本项目校准曲线均准确有效。

5.4.3 精密度控制

通过平行双样进行精密度控制。每批次样品分析时，每个检测项目（除挥发性有机物外）均做平行双样分析。在每批次分析样品中，随机抽取 5% 的样品进行平行双样分析；当批次样品数 < 20 时，至少随机抽取 1 个样品进行平行双样分析。

若平行双样测定值（A，B）的相对偏差（RD）在允许范围内，则该平行双样的精密度控制为合格，否则为不合格。平行双样分析测试合格率要求应达到 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分析测试外，应再增加 5%~15% 的平行双样分析比例，直至总合格率达到 95%。

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

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

从表 12~表 21 的平行样样品检测结果表明，土壤 VOCs、SVOCs、石油烃（C₁₀-C₄₀）、理化指标和金属指标平行样的相对偏差均符合质控要求，地下水 VOCs、可萃取性石油烃（C₁₀-C₄₀）、理化指标和金属指标平行样的相对偏差均符合质控要求，土壤 pH 值平行样的差值符合质控要求。

表 12 土壤 VOCs 平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%		
1,1,1,2-四氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,1,1-三氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,1,2,2-四氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,1,2-三氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,1-二氯乙烯	2	NC	≤25	/
1,1-二氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,2,3-三氯丙烷	2	NC	≤25	/
1,2-二氯丙烷	2	NC	≤25	/
1,2-二氯乙烷	2	NC	≤25	/
1,2-二氯苯	2	NC	≤25	/
1,4-二氯苯	2	NC	≤25	/

检测项目	现场平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%		
三氯乙烯	2	NC	≤25	/
乙苯	2	NC	≤25	/
二氯甲烷	2	NC	≤25	/
反式-1,2-二氯乙烯	2	NC	≤25	/
四氯乙烯	2	NC	≤25	/
四氯化碳	2	NC	≤25	/
对-二甲苯+间-二甲苯	2	NC	≤25	/
氯乙烯	2	NC	≤25	/
氯仿	2	NC	≤25	/
氯甲烷	2	NC	≤25	/
氯苯	2	NC	≤25	/
甲苯	2	NC	≤25	/
苯	2	NC	≤25	/
苯乙烯	2	NC	≤25	/
邻二甲苯	2	NC	≤25	/
顺式-1,2-二氯乙烯	2	NC	≤25	/

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 13 地下水 VOCs 平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
四氯化碳	1	NC	1	NC	≤30	/
氯仿	1	NC	1	NC	≤30	/
甲苯	1	NC	1	NC	≤30	/
苯	1	NC	1	NC	≤30	/

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 14 土壤 SVOCs 平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
2-氯苯酚	2	NC	1	NC	≤40	/
蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
二苯并[a,b]蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
硝基苯	2	NC	1	NC	≤40	/
苯并[a]蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
苯并[a]蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
苯并[b]荧蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
苯并[k]荧蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
茚并[1,2,3-cd]蒎	2	NC	1	NC	≤40	/
蒽	2	NC	1	NC	≤40	/
苯胺	2	NC	1	NC	≤50	/
4-甲基苯酚	2	NC	1	NC	≤40	/

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 15 土壤石油烃（C₁₀-C₄₀）平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
石油烃（C ₁₀ -C ₄₀ ）	2	7-8	1	20	≤25	符合

表 16 地下水可萃取性石油烃（C₁₀-C₄₀）平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
可萃取性石油烃（C ₁₀ -C ₄₀ ）	1	17	1	12	≤25	符合

表 17 土壤金属指标平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
铜	2	4-7	1	0	≤20	符合
锌	2	2-3	1	3	≤20	符合

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
镍	2	7-11	1	4	≤ 20	符合
总铬	2	2-3	1	2	≤ 20	符合
钴	2	0	1	4	≤ 15	符合
铅	1	5	1	1	≤ 25	符合
	1	2	/	/	≤ 30	符合
镉	2	0-9	1	33	≤ 35	符合
汞	/	/	1	5	≤ 30	符合
	2	2-4	2	4	≤ 35	符合
砷	2	2-4	3	3-6	≤ 20	符合
六价铬	2	NC	1	NC	≤ 20	/
锡*	2	4-5	1	3	≤ 25	符合

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 18 地下水金属指标平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
钠	1	0.4	1	0.6	≤ 20	符合
铜	1	1	1	1	≤ 20	符合
锌	1	3	1	8	≤ 20	符合
镍	1	0.2	1	2	≤ 20	符合
总铬	1	1	1	0	≤ 20	符合
钴	1	2	1	0.6	≤ 20	符合
铝	1	0	1	0.9	≤ 20	符合
铁	1	1	1	2	≤ 20	符合
锰	1	1	1	0.1	≤ 20	符合
铅	1	4	/	/	≤ 20	符合
	/	/	1	NC	≤ 20	/
镉	1	NC	1	NC	≤ 20	/
锡	1	NC	1	NC	≤ 20	/

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
汞	1	14	/	/	≤ 20	符合
	/	/	1	NC	≤ 20	/
砷	1	NC	1	NC	≤ 20	/
硒	1	NC	1	NC	≤ 20	/
锑	1	7	1	9	≤ 20	符合
六价铬	1	NC	1	NC	≤ 15	/

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 19 土壤理化指标平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
氟化物	2	3-6	1	5	≤ 20	符合
氰化物	2	NC	1	NC	≤ 25	/

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 20 地下水理化指标平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
耗氧量	1	2	1	0.8	≤ 20	符合
氨氮	1	4	/	/	≤ 15	符合
	/	/	1	2	≤ 10	符合
硝酸盐氮	1	4	1	0	≤ 20	符合
亚硝酸盐氮	1	5	1	7	≤ 15	符合
总硬度	1	0.3	1	2	≤ 10	符合
阴离子表面活性剂	1	NC	1	NC	≤ 20	/
氰化物	1	NC	1	NC	≤ 20	/
硫化物	1	NC	1	NC	≤ 30	/
氟化物	1	2	1	3	≤ 10	符合
碘化物	1	NC	1	NC	≤ 10	/
挥发酚	1	14	1	5	≤ 25	符合

检测项目	现场平行样		实验室平行样		控制要求%	结果评价
	个数	相对偏差%	个数	相对偏差%		
硫酸盐	1	3	1	0.5	≤ 10	符合
氯化物	1	8	1	0.1	≤ 10	符合
浑浊度	1	1	1	2	≤ 20	符合

注：NC 表示“无法计算”，平行双样的检测浓度均低于检出限。

表 21 土壤 pH 值平行样质量控制汇总

检测项目	现场平行样		差值	实验室平行样		差值	允许差值	结果评价
	样品结果	平行样结果		样品结果	平行样结果			
pH 值 (无量纲)	7.25	7.19	0.06	7.41	7.45	0.04	≤ 0.3	符合
	7.45	7.51	0.06	7.32	7.38	0.06	≤ 0.3	符合

5.4.4 准确度控制

(1) 使用有证标准物质

当具备与被测样品基本相同或类似的有证标准物质时，应在每批样品分析时同步插入有证标准物质样品进行测定。当测定有证标准物质样品的结果落在保证值范围内时，可判定该批样品分析测试准确度合格，但若不能落在保证值范围内则判定为不合格，应查明其原因，并对该批样品和该标准物质重新测定核查。

对有证标准物质样品分析测试合格率要求应达到 100%。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详查送检样品重新进行分析测试。

本项目土壤中金属指标和氟化物，地下水中理化指标和六价铬检测项目购买了有证标准物质，检测过程对于所有标准样品的检测结果表明，检测浓度均在其质控范围内。标准样品准确度质量控制见表 22~表 23。

表 22 土壤金属指标和氟化物标准样品准确度质量控制

样品类型	批号	生产厂家	有效期	检测项目	检测结果 (mg/kg)	质控要求 (mg/kg)	结果 评定
土壤	GSS-32	地球物理地球化学 勘查研究所	2027-12-31	铜	26	26±2	符合
					26		符合
	GSS-32		2027-12-31	锌	67	64±5	符合
					66		符合