

天台县振华表面处理有限公司土壤和地下水自行监测质量控制报告

土壤采样记录表(一)

采样地点: 天台县振华表面处理有限公司

采样时间: 2023年10月10日

采样人员: 张三、李四

采样深度: 0.5m

采样方法: 手工采样

采样结果:

采样点	采样深度	采样方法	采样结果
1	0.5m	手工采样	...
2	0.5m	手工采样	...
3	0.5m	手工采样	...
4	0.5m	手工采样	...
5	0.5m	手工采样	...

备注: 采样过程中, 发现土壤颜色为黄色, 质地较硬, 无异味。

采样人: 张三、李四

审核人: 王五

图4 部分现场土壤采样记录

5.2 地下水样品现场记录

样品采集完成, 在每个样品容器外壁上贴上采样标签, 同时在采样原始记录上注明采样编号、采样地点、经纬度、水温、pH值、电导率等相关信息, 以上信息均记录在公司内部表单《地下水采样原始记录表》。

天台县振华表面处理有限公司土壤和地下水自行监测质量控制报告

地下水采样记录表

采样地点: 天台县振华表面处理有限公司

采样时间: 2023年10月10日

采样人员: 张三、李四

采样深度: 1.0m

采样方法: 手工采样

采样结果:

采样点	采样深度	采样方法	采样结果
1	1.0m	手工采样	...
2	1.0m	手工采样	...
3	1.0m	手工采样	...
4	1.0m	手工采样	...
5	1.0m	手工采样	...

备注: 采样过程中, 发现地下水颜色为无色, 质地较清, 无异味。

采样人: 张三、李四

审核人: 王五

图5 部分地下水现场采样记录

6、现场质量控制

采集现场质量控制样是现场采样控制的重要手段, 质量控制样包括现场平行样品和空白样品, 质控样品的分析数据可从采样到样品运输、贮存等不同阶段反映数据质量。

本项目现场采样, 土壤和地下水样品均采集10%的现场平行样品。

本项目现场采样，每批次土壤、地下水样品均采集全程序空白、设备空白和运输空白，以便了解样品采集、流转运输到分析过程中可能存在沾污情况。本项目全程序空白、设备空白和运输空白测定结果均低于方法检出限，表明现场采样、保存、运输过程不存在污染现象，测定结果见附件3。

综上所述，本项目现场采样、检测均按照《建设用地土壤污染状况调查 技术导则》（HJ 25.1-2019）、《建设用地土壤污染风险管控和修复 监测技术导则》（HJ 25.2-2019）、《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）和《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）进行，现场采样、样品保存和现场检测均符合技术规范要求，本项目现场采样规范，现场检测准确、可靠。

7、现场安全健康要求

实施采样和现场检测前必须按照相关安全技术规范的要求，在危险场所进行检测时，采取有效的安全措施，以保证现场检测人员的安全及检测仪器设备的安全使用。

（1）项目负责人在进入作业现场前对所有项目组成员进行安全教育说明，并接受相关企业的安全培训；

（2）现场采样、检测人员必须遵守企业安全管理制度，听从企业陪同人员的安排，不得随意活动；

（3）现场工作严禁吸烟，不得携带任何危险品进入现场；

（4）进入有毒有害或存在危险性的作业场所时，须佩戴相应的个人防护用品，并有其他人陪伴；

（5）检测人员严格按照检测仪器说明书、作业指导书及相关仪器设备的操作规程等进行操作，严禁违章冒险作业；

（6）检测人员所携带的仪器设备，做好运输中的防震、防尘、防潮工作，对于特殊要求的仪器设备小心搬运，防止仪器设备人为损坏；

（7）为防止现场采样过程中产生环境二次污染问题，本项目对每一个工作环节都制定并执行了有针对性的二次污染防控措施，避免了由于人为原因对环境造成的二次污染。钻孔过程中产生的污染土壤统一收集和处理，对废弃的一次性手套、口罩等个人防护用品按照一般固体废物处置要求进行收集处置。具体二次污染防控措施如下表。

表 5 现场采样过程中二次污染防控措施

序号	二次污染防控措施	防控目的
1	地质勘查、土壤采样完成后，立即用膨润土将所有取样孔封死	防止人为的造成土壤、地下水中污染物的迁移

序号	二次污染防治措施	防控目的
2	地下水监测井设置时,用防水防腐蚀密封袋,将由建井带上地面的土壤,进行现场封存	防止污染土壤二次污染环境
3	地下水采样时,用防腐蚀密封桶,将洗井产生的废水,进行现场封存	防止污染地下水二次污染环境
4	现场工作时,将产生的废弃物垃圾等,收集后带离现场	防止人为产生的废弃物污染环境

三、样品保存、运输和流转

1、样品保存、运输和流转概述

土壤和地下水的样品保存、运输和流转按照《建设用地土壤污染风险管控和修复 监测技术导则》(HJ 25.2-2019)、《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)、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》(HJ 1019-2019)及《重点行业企业用地调查样品采集保存和流转技术规定(试行)》(环办土壤函[2017]1896号,环境保护部办公厅2017年12月7日印发)等标准规范的要求执行。

2、样品保存质量控制

样品保存包括现场暂存和流转保存两个环节,主要包括以下内容:

(1) 样品现场暂存

根据不同检测项目要求,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样品编号、采样时间等信息。采样现场配备样品保温箱,内置冰冻蓝冰。样品采集后立即存放至保温箱内。

(2) 样品流转保存

样品保存在有冰冻蓝冰的保温箱内运送到实验室,样品的有效保存时间为从样品采集完成到分析测试结束。本项目样品采取低温保存的运输方法,尽快送到实验室分析测试。

样品管理员收到样品后,立即检查样品箱是否有破损,按照《环境样品交接单》清点核实样品数量、样品瓶编号以及破损情况。暂未出现样品瓶缺少、破损或样品瓶标签无法辨识等重大问题。

3、样品运输和流转质量控制

样品采集完成后,由专用小汽车送至实验室,并及时冷藏。

(1) 样品装运前,核对采样标签、样品数量、采样记录等信息,核对无误后方可装车。

本项目选用专用小汽车将土壤、地下水样品运送至实验室,同时确保样品在保存时限内能尽快运送至检测实验室;

(2) 样品置于 $<4^{\circ}\text{C}$ 冷藏箱保存, 采用适当的减震隔离措施, 避免样品在运输和流转过程中损失、污染、变质(变性)或混淆, 防止盛样容器破损、混淆或沾污;

(3) 认真填写样品流转单, 写明采样人、采样日期、样品名称、样品状态、检测项目等信息;

(4) 样品运抵实验室后由样品管理员进行接收。样品管理员立即检查样品箱是否有破损,按照《环境样品交接单》清点核实样品数量、样品瓶编号以及破损情况,对样品进行符合性检查,确认无误后在《环境样品交接单》上签字。实验室收到样品后,按照《环境样品交接单》要求,立即安排样品保存和检测。

[illegible]

图6 部分样品交接流转单记录

综上所述,本项目样品保存、运输和流转过程均符合《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)和《地下水环境监测技术规范》(HJ 164-2020)。

四、实验室检测

1、实验室检测概述

为保证和证明检测过程得到有效控制、检测结果准确可靠，需采取科学、合理、可行的质量控制措施对检测过程予以有效控制和评价，将各种影响因素所引起的误差控制在允许范围内。本实验室按照《建设用地土壤污染风险管控和修复 监测技术导则》（HJ 25.2-2019）、《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）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）、《重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规范（试行）》（环办土壤函[2017]1896 号，环境保护部办公厅 2017 年 12 月 7 日印发）及《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）等标准规范的要求，结合公司质量管理体系的要求，对本项目所有样品进行质量控制。检测质

量保证的基础工作包括标准溶液的配制和标定,空白试验、平行样、全程序空白样品、质控样、内标法、标准曲线、天平的检验、仪器的校正、玻璃量器的校验等。

2、样品制备和预处理

2.1 土壤样品制备

pH 值、氟化物和金属样品:在风干室将土样放置于风干盘中,摊成 2~3 cm 薄层,适时地压碎、翻动、拣出碎石、沙砾、植物残体。风干后,用木锤将样品敲碎,拣出杂质、混匀,过 10 目 (0.2 mm) 尼龙筛进行过滤,可用于土壤 pH 的测定;过 10 目的样品采用翻拌法全部混匀,用球磨机磨细,过 100 目筛后混匀后分 2 份,其中测砷、汞的样品装入带有内塞的聚乙烯塑料瓶中,另一份直接装入牛皮纸袋供检测用,其余样品当留样保存。质量检查人员每天在已加工好的样品中随机抽取 3% 的样品,从中分出 5 g 过筛检查,过筛率大于 95%,合格后送实验室分析检测,不合格者全部返工。

挥发性有机物 (VOCs) 样品:直接进入吹扫捕集仪,进行上机分析。

半挥发性有机物 (SVOCs) 和石油烃 (C_{10} - C_{40}) 样品:用新鲜样品进行前处理分析。除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物后,木棒碾压、混匀,用四分法缩分所需用量。称取 20 g (精确到 0.01 g),加入适量硅藻土,研磨均化成流沙状,混匀备用。其余样品留作副样保存。

2.2 样品预处理方法

土壤样品预处理方法见表 6,地下水样品预处理方法见表 7。

表 6 土壤样品预处理方法

分析项目	预处理方法
pH 值	采样后的土壤样,经风干后过 10 目筛。称取 10.0 g 左右样品至烧杯中,加入 25 mL 无二氧化碳水,充分混匀后平衡 30 min。校准 pH 计后对其进行测定。
氟化物	准确称取过 100 目筛的土样 0.2 g 于镍坩埚中,加入 2.0 g NaOH,放入马弗炉中。300℃ 保持 10 min,升温至 560℃ 保持 30 min。冷却后取出用热水溶解转移至 100 mL 比色管,加入 5.0 mL 盐酸溶液,混匀定容至标线,待测。准确移取上清液 20.0 mL 于烧杯中,加入 2 滴溴甲酚紫指示剂,加盐酸溶液调节溶液颜色由蓝紫突变为黄色。将溶液转移至 50 mL 容量瓶,加入 10.0 mL TISAB 溶液,水定容至标线,混匀后测定。
氰化物	取 10 g 左右样品移入蒸馏瓶中,在 100 mL 比色管中加入 10 mL 氢氧化钠溶液作为吸收液,在蒸馏瓶中依次加入 200 mL 水、3.0 mL 氢氧化钠和 10 mL 硝酸锌溶液,摇匀,加入 5.0 mL 酒石酸溶液,加热。量取 10.0 mL 馏出液倒入 25 mL 比色管中,加入 5.0 mL 磷酸缓冲液混匀,加入 0.20 mL 氯胺 T 溶液,混匀,放置 1-2 min,加入 5.0 mL 异烟酸-吡唑啉酮,混匀。加水稀释至标线,摇匀,在 25-35℃ 的水浴锅中放置 40min,待测。
铜、锌、镍、总铬	精确称量风干后过 100 目筛的土壤样品 0.2-0.3 g 于 50 mL 聚四氟乙烯消解管中,加入 5 mL 盐酸于消解仪上 100℃ 加热 45 min。先后加入 5 mL 硝酸、氢氟酸加热 30 min。稍冷,加入 1 mL 高氯酸加盖 120℃ 加热 3 h;开盖 150℃ 加热并摇动至冒白烟。若消解管有黑色碳化物,加入 0.5 mL 高氯酸加盖继续加热至黑色消失,开盖,160℃ 加热赶酸至内容物呈不流动的液珠状。加入 3 mL 硝酸,温热溶解可溶性残渣,转移至 25 mL 容量瓶中,硝酸定容,摇匀。保存至聚乙烯瓶中,静置,取上层清液待测。

分析项目	预处理方法
钴	称取 0.5 g 风干后过 100 目筛的土壤样品, 置于聚四氟乙烯烧杯或坩埚内, 加 2~3 滴水润湿后, 先后加入 2 mL 盐酸、10 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸, 180°C 加盖消解约 1 h, 揭盖飞硅、赶酸, 温度控制在 210°C 以内, 蒸至近干, 若烧杯或坩埚壁上有黑色碳化物, 则继续加入 1 mL 高氯酸, 直至内容物呈白色或淡黄色不流动的半凝固状。取下聚四氟乙烯烧杯或坩埚稍冷, 加入 0.5 mL 硝酸, 温热溶解可溶性残渣, 冷却后全量转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 静置, 取上清液待测。
铅、镉	精确称量风干后过 100 目筛的土壤样品 0.1-0.3 g 于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中, 用水润湿后加入 5 mL 盐酸, 于通风橱内的电热板上低温加热, 使样品初步分解, 当蒸发至约 2-3 mL 时, 取下稍冷, 然后加入 5 mL 硝酸, 4 mL 氢氟酸, 2 mL 高氯酸, 加盖后于电热板上中温加热 1 h 左右, 然后开盖, 继续加热除硅, 为了达到良好的飞硅效果, 应经常摇动坩埚。当加热至冒浓厚高氯酸白烟时, 加盖, 使黑色有机碳化物充分分解。待坩埚上的黑色有机物消失后, 开盖驱赶白烟并蒸至内容物呈黏稠状。视消解情况, 可再加入 2 mL 硝酸, 2 mL 氢氟酸, 1 mL 高氯酸, 重复上述消解过程。当白烟再次基本冒尽且内容物呈黏稠状时, 取下稍冷, 用水冲洗坩埚盖和内壁, 并加入 1 mL 硝酸溶液温热溶解残渣。然后将溶液转移至 25 mL 容量瓶中, 加入 3 mL 磷酸氢二铵溶液冷却后定容, 摇匀备测。
汞	称取风干、研磨后过 100 目筛孔径筛的土壤样品 0.2-1.0 g 于 50 mL 具塞比色皿中, 加入少许水润湿, 加入 10 mL 1+1 王水沸水浴消解 2 h, 取出冷却, 加入 10 mL 保存液, 用稀释液稀释至刻度, 摇匀静置, 取上层清液待测。
砷	称取风干、研磨后过 100 目筛的土壤样品 0.2-1.0 g 于 50 mL 具塞比色皿中, 少量水润湿样品, 用 (1+1) 王水于沸水浴中消解 2 h, 取出冷却, 用水稀释至刻度, 摇匀后放置。吸取一定量的消解试液于 50 mL 比色管中, 加 3 mL 盐酸、5 mL 硫脲溶液、5 mL 抗坏血酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀放置, 取上清液待测。
六价铬	准确称取经风干、研磨并过 100 目筛的土壤样品 5.0 g 左右于 250 mL 烧杯中, 加入碳酸钠/氢氧化钠混合溶液 50 mL、氯化镁 400 mg、磷酸氢二钾/磷酸二氢钾缓冲溶液 0.5 mL。置于搅拌加热装置中, 常温下搅拌 5 min, 然后升温至 90~95°C, 保持 60 min, 冷却, 抽滤。然后用浓硝酸调节溶液的 pH 值至 7.5±0.5。将此溶液转移至 100 mL 比色管中, 用去离子水定容, 摇匀, 待测。
石油烃 (C ₁₀ -C ₄₀)	A: 称取约 10 g 样品, 放入研钵, 加入适量硅藻土研磨成流沙状脱水, 将脱水的样品全部转移至萃取池中, 将萃取池竖直平稳放入快速溶剂萃取仪上, 以正己烷-丙酮 (1+1) 加压萃取, 萃取液经过无水硫酸钠脱水待浓缩。B: 氮吹浓缩仪温度小于 35°C, 浓缩至 1.0 mL。C: 样品净化: 采用硅酸镁柱对样品进行净化, 收集洗脱液。氮吹浓缩, 定容至 1.0 mL, 转移至进样瓶中, 待测。
挥发性有机物 (VOCs)	直接上机测定。
半挥发性有机物 (SVOCs)	A: 称取一定量新鲜土壤 (精确到 0.01 g) 与硅藻土混合研磨成细小颗粒, 放入快速溶剂萃取池中, 密封。放置在 ASE 样品盘上, 用正己烷-丙酮 (1+1) 加压萃取, 收集萃取液。B: 浓缩与溶剂置换: 将提取液放在氮吹仪上氮吹, 氮吹过程中用正己烷多次洗涤管壁, 浓缩至 2 mL 左右。C: 样品净化: 使用净化柱对样品进行净化, 收集洗脱液。氮吹浓缩后, 加入一定量内标, 定容至 1.0 mL, 转移至 2 mL 进样瓶中, 再 GC-MS 分析。
锡*	称取经过二次制样的试样约 0.5000 g (精确至 0.0001 g) 于聚四氟乙烯烧杯中, 在通风橱内, 向盛有试样的烧杯内加入 1 mL 去离子水, 湿润样品, 加入硝酸 5 mL, 盖上表面皿在电热板上于 150°C 加热 10 min, 冷却后再加入 5 mL 浓硝酸, 盖上表面皿加热 30 min。此时的棕色烟雾为硝酸氧化试样所产生, 重复此步骤, 每次加硝酸 5 mL, 直至无棕黄色烟雾产生, 表示消解反应完成, 冷却后加入 5 mL 氢氟酸和 1.5 mL 高氯酸, 加热进行氧化反应, 直至不再有高氯酸和四氟化硅的浓烟, 再次加 5 mL 的氢氟酸和 1.5 mL 的高氯酸, 蒸发到接近干后, 冷却, 加入 1 mL 硝酸和大约 5 mL 水溶解残渣, 继续加热溶解, 冷却, 转移到 50 mL 容量瓶中, 用蒸馏水洗涤数次, 并将洗涤液移入容量瓶, 定容, 摇匀, 待测。

表 7 地下水样品预处理方法

分析项目	预处理方法
pH 值、肉眼可见物	现场测定。
色度	取适量水样于 50 mL 具塞比色管中，定容，与铂-钴标准色列同时振荡均匀后比较，若水样色调与标准色列不一致，则用文字描述。
浑浊度	将样品摇匀，待可见的气泡消失后，用少量样品润洗样品池数次，将完全均匀的样品缓慢倒入样品池内，至样品池的刻度线即可。持握样品池位置尽量在刻度线以上，用柔软的无尘布擦去样品池外的水和指纹，待测。
臭和味	取 100 mL 水样，置于 250 mL 锥形瓶中，嗅气并描述。将水样加热至开始沸腾，取下并冷却，再次测定其臭和味。
耗氧量	取适量样品，用 10 g/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至中性，加铬酸钾指示剂并用硝酸银溶液滴至出现砖红色沉淀，判断氯离子含量。取适量水样，稀释至 100 mL，加入 10.00 mL 高锰酸钾溶液，煮沸 30 min 后，加入 10.00 mL 草酸钠，滴定。
溶解性固体总量	将蒸发皿洗净，放入 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘 1 h，取出后放在干燥器内冷却后称重，再次烘 30 min，冷却，称量至恒重。移取经过 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤的试样于蒸发皿内，放在水浴上蒸干。移入 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘 1 h，取出后放在干燥器内冷却后称重，再次烘 30 min，冷却，称量至恒重。
氨氮	取适量水样，稀释至 50.0 mL，加入 1.0 mL 酒石酸钾钠，1.0 mL 纳氏试剂，静置 10 min 后测定。
硝酸盐氮	将 200 mL 水样调节 pH 为 7 后，加 4 mL 氢氧化铝悬浮液，取 100 mL 上清液分两次洗涤树脂柱，弃去，在继续使水样上清液通过柱子，收集 50 mL 于比色管中加 1 mL 盐酸溶液，待测。
亚硝酸盐氮	取适量水样定容至 50 mL，加入 1.00 mL 显色剂，混匀。放置 20 min 后，待测。
总硬度	取适量水样，稀释至 50.0 mL，加入缓冲溶液后使 pH 保持在 10 ± 0.1 后加入约 50 mg 铬黑 T 指示剂粉末，使溶液呈紫红色。用 EDTA 二钠标准溶液进行滴定，滴定终点溶液呈天蓝色。
阴离子表面活性剂	取 100 mL 水样置于分液漏斗中，以酚酞为指示剂，逐滴加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液至水溶液呈桃红色，在滴加 0.5 mol/L 硫酸至桃红色消失，加入 25 mL 亚甲蓝溶液，摇匀加入 10 mL 三氯甲烷，振荡 30 s，将氯仿层放入预先盛有 50 mL 的第二个分液漏斗，用数滴氯仿淋洗第一个分液漏斗的放液管，重复萃取三次，每次用 10 mL 氯仿。合并所有氯仿至第二个分液漏斗中，激烈摇动 30 s，静置分层。将所有氯仿层通过脱脂棉，放入 50 mL 容量瓶中，再用氯仿萃取洗涤液 2 次（每次用量 5 mL），此氯仿层也并入容量瓶中，待测。
氰化物	用量筒量取 200 mL 样品，移入蒸馏瓶，加入几粒玻璃珠，往 100 mL 比色管中加入 10 mL 氢氧化钠溶液，作为吸收液，往蒸馏瓶中加入 10 mL 硝酸锌溶液和 5 mL 酒石酸，盖好瓶盖，打开冷凝水，加热蒸馏。量取 10.0 mL 馏出液倒入 25 mL 比色管中，加入 5.0 mL 磷酸缓冲液混匀，加入 0.20 mL 氯胺 T 溶液，混匀，放置 3-5 分钟，加入 5.0 mL 异烟酸-吡啶啉酮，混匀。加水稀释至标线，摇匀，在 $25\text{--}35^{\circ}\text{C}$ 的水浴锅中放置 40 分钟，待测。
硫化物	量取 200 mL 混匀的水样，或适量样品加除氧去离子水稀释至 200 mL，迅速转移至 500 mL 蒸馏中，再加入 5 mL 抗氧化剂溶液，轻轻摇动，加数粒玻璃珠。量取 20.0 mL 氢氧化钠溶液于 100 mL 吸收管中作为吸收液，插入馏出液导管至吸收液液面以下，以保证吸收完全。打开冷凝水，向蒸馏瓶中迅速加入 10 mL 盐酸溶液，立即盖紧塞子，打开温控电炉，调节到适当的加热温度，以 $2\ \text{mL}/\text{min}\text{--}4\ \text{mL}/\text{min}$ 的馏出速度蒸馏。当吸收管中的溶液体积达到约 60 mL 时，撤下蒸馏瓶，取下吸收管，停止蒸馏。用少量除氧去离子水冲洗馏出液导管，并入吸收液中，待测。

分析项目	预处理方法
氟化物	用无分度吸管吸取适量试份于 50 mL 容量瓶中, 调节至近中性, 加入 10 mL 总离子强度调节缓冲液, 用水稀释至标线, 摇匀, 注入至 100 mL 聚乙烯杯待测。
碘化物	样品经 NA 型前处理小柱和 0.45 μm 滤膜过滤后弃去前滤液, 后滤液收集后进样。
挥发酚	取适量水样, 稀释至 250 mL, 蒸馏得 250 mL 馏出液。取适量馏出液, 稀释至 250 mL, 加入 2.00 mL 氨-氯化铵缓冲溶液, 混匀后加入 1.50 mL 4-氨基安替比林溶液, 混匀后加入 1.50 mL 铁氰化钾溶液, 混匀后准确加入 10.0 mL 三氯甲烷, 密塞, 剧烈振摇 2 min, 倒置放气, 静置分层, 取三氯甲烷相, 进行测量。
硫酸盐、氯化物	取适量水样经过 0.45 μm 水系滤膜过滤后, 直接进样分析。
细菌总数	根据样品污染程度确定稀释倍数。以无菌操作方式吸取 10 mL 充分混匀的样品, 注入盛有 90 mL 无菌水的蓝口瓶中, 混匀成 1:10 稀释样品。以此方法做 10 倍递增稀释, 每个样品至少应稀释 3 个适宜浓度。以无菌操作方式用 1 mL 灭菌的移液管吸取充分混匀的样品或稀释样品 1 mL, 注入灭菌平皿中, 倾注营养琼脂培养基, 并立即旋摇平皿使其充分混匀。每个样品或稀释样品倾注 2 个平皿。在 36℃ 条件下, 培养箱内培养 48 h, 计数。
总大肠菌群	用多管发酵法测定总大肠菌群, 每次试验 36℃ 培养 24 h。
钠	取 100 mL 水样加入 5 mL 硝酸, 加热消解至近干, 冷却, 反复多次至颜色稳定, 冷却。加入硝酸, 加入少量水, 加热至残渣消解。冷却, 定容至 100 mL。待测。
铜、锌、镍、总铬、钴、铁、锰、铝、铅、镉、锡	取 50 mL 摇匀样品于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 盐酸溶液, 置于电热板上加热消解, 保持温度不高于 85℃。加表面皿加热直至样品蒸发至 20 mL 并持续回流 30 min。待样品冷却后, 用去离子水冲洗烧杯, 倒入 50 mL 容量瓶中, 定容, 待测。
汞	量取 5.0 mL 混匀后的样品于 10 mL 比色管中, 加入 1 mL 盐酸-硝酸溶液, 加塞混匀, 置于沸水浴中加热消解 1 h, 期间摇动 1~2 次并开盖放气。冷却, 用水定容至标线, 待测。
砷、硒、锑	量取 50 mL 混匀后的样品于 150 mL 锥形瓶中, 加入 5 mL 硝酸-高氯酸混合酸, 于电热板上加热至冒白烟, 冷却。再加入 5 mL 盐酸溶液, 加热至黄褐色烟冒尽, 冷却后移入 50 mL 容量瓶中, 加水稀释定容, 混匀, 待测。
六价铬	取适量水样定容至 50.0 mL, 加入 0.50 mL 1+1 硫酸和 0.50 mL 1+1 磷酸, 混匀。加入 2.00 mL 二苯碳酰二肼溶液, 摇匀, 待测。
可萃取性石油烃 (C ₁₀ -C ₄₀)	1. 将水样全部倒入 2 L 分液漏斗中, 量取 60 mL 二氯甲烷洗涤样品瓶, 洗涤液全部转移至分液漏斗, 振荡萃取 5 min, 静置 10 min, 待分层后收集下层有机相。再加入 60 mL 二氯甲烷, 重复上述操作, 合并萃取液。将萃取液通过无水硫酸钠脱水。将水相全部转移至 1000 mL 量筒中, 测量样品体积并记录。2. 氮吹浓缩仪温度控制在 35℃ 以下, 将提取液浓缩至 1.0 mL, 加入 10 mL 正己烷, 浓缩至 1.0 mL, 再加入 10 mL 正己烷, 最后浓缩至 1.0 mL, 待净化。3. 依次用 10 mL 二氯甲烷-正己烷 (1:4) 溶液、10 mL 正己烷活化净化柱, 待柱上正己烷近干时, 用吸管将浓缩后的萃取液转移到净化中, 用约 2 mL 正己烷洗涤收集瓶, 洗涤液一并上柱, 用 10 mL 二氯甲烷-正己烷 (1:4) 溶液洗脱, 靠重力自然流下, 收集洗脱液, 再使用氮吹浓缩仪将洗脱液浓缩至 1.0 mL, 待测。
挥发性有机物 (VOCs)	直接上机测定。

2.3 样品制备质量控制

样品制备过程的质量控制主要在样品风干和样品制样过程中进行, 土壤风干室和土壤制样

室相互独立，并进行了有效隔离，能够避免相互之间的影响。土壤制样室是在通风、整洁、无扬尘、无易挥发化学物质的房间内进行，且每个制样操作岗位有独立的空间，避免样品之间相互干扰和影响。

制样过程中的质量控制：

- (1) 保持工作室的整洁，整个过程中必须戴一次性防护手套；
- (2) 制样前认真核对样品名称与流转单中名称是否一一对应；
- (3) 人员之间进行互相监督，避免研磨过程中样品散落、飞溅等；
- (4) 制样工具在每处理一份样品后均进行擦抹（洗）干净，严防交叉污染；
- (5) 当某个参数所需样品量取完后，及时将样品放回原位，供实验室其它部门使用。

制样地点实景图见下图。



图 7 制样地点实景图

3、实验室检测过程

3.1 在检测前对检测方法做出确认，实验室检测人员到样品管理员处领取检测样品，并对样品的有效性进行检查，并记录检查结果。本项目对样品有效性的核查结果表明，收到的样品均

为有效样品，即样品标签及包装完整，未受运输的影响而产生污染。

3.2 实验室检测人员参加样品预处理及仪器检测的全过程，实验中产生的废液和废物分类收集，属于危险废物的送具有资质的单位（宁波市北仑环保固废处置有限公司）处理。

3.3 实验室检测人员检查检测环境条件是否符合检测要求，并做好环境监控记录，本项目检测期间环境条件均满足相关标准的要求。

4、检测报告编制、审核与批准

4.1 检测报告由指定的人员编制、进行审核，授权签字人批准签发。

4.2 检测报告的管理按本公司制定的《检测报告管理程序》进行。

5、实验室检测质量控制

5.1 分析方法

实验室优先选用《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）等国家标准中规定的检测方法，其次选用国际标准方法和行业标准，所采用方法均通过 CMA 认可。

CMA 计量认证是根据中华人民共和国计量法的规定，由省级以上人民政府计量行政部门对检测机构的检测能力及可靠性进行的一种全面的认证及评价。这种认证对象是所有对社会出具公正数据的产品质量监督检验机构及其他各类实验室，取得计量认证合格证书的检测机构，允许其在检验报告上使用 CMA 标记；有 CMA 标记的检验报告具有法律效力。

本项目出具的检测报告（报告编号：HJ22160001）中所包含的检测指标具有 CMA 资质，出具的检测报告（报告编号：HJ22160002）中所包含的检测指标不具有 CMA 资质。

本项目检测项目均采用最新检测标准，未采用过期无效标准。土壤检测标准见表8，地下水检测标准见表9。

本项目检测项目的检出限均满足相应检测标准的要求，各检测项目的检出限详见表8和表9。

表 8 土壤检测项目检出限、检测标准

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
pH 值	/	HJ 962-2018	电位法
氟化物	63mg/kg	HJ 873-2017	离子选择电极法
氰化物	0.04 mg/kg	HJ 745-2015	分光光度法
铜	1 mg/kg	HJ 491-2019	火焰原子吸收分光光度法
锌	1 mg/kg	HJ 491-2019	火焰原子吸收分光光度法

检测项目	检出限	检测标准	检测方法
镍	3 mg/kg	HJ 491-2019	火焰原子吸收分光光度法
总铬	4 mg/kg	HJ 491-2019	火焰原子吸收分光光度法
钴	2 mg/kg	HJ 1081-2019	火焰原子吸收分光光度法
铅	0.1 mg/kg	GB/T 17141-1997	石墨炉原子吸收分光光度法
镉	0.01 mg/kg	GB/T 17141-1997	石墨炉原子吸收分光光度法
汞	0.002 mg/kg	GB/T 22105.1-2008	原子荧光法
砷	0.01 mg/kg	GB/T 22105.2-2008	原子荧光法
六价铬	0.5 mg/kg	HJ 1082-2019	碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法
石油烃 (C ₁₀ -C ₄₀)	6 mg/kg	HJ 1021-2019	气相色谱法
1,1,1,2-四氯乙烷	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,1,1-三氯乙烷	1.3×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,1,2,2-四氯乙烷	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,1,2-三氯乙烷	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,1-二氯乙烯	1.0×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,1-二氯乙烷	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,2,3-三氯丙烷	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,2-二氯丙烷	1.1×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,2-二氯乙烷	1.3×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,2-二氯苯	1.5×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
1,4-二氯苯	1.5×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
三氯乙烯	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
乙苯	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
二氯甲烷	1.5×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
反式-1,2-二氯乙烯	1.4×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
四氯乙烯	1.4×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
四氯化碳	1.3×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
对-二甲苯+间-二甲苯	1.2×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法
氯乙烯	1.0×10^{-3} mg/kg	HJ 605-2011	吹扫捕集/气相色谱-质谱法