

ICS

**T/GXDSL**

**团 体 标 准**

T/GXDSL 316—2025

**现场便携式土壤重金属快速检测操作规程**

**Code of Practice for On-Site Portable Rapid Detection of Heavy  
Metals in Soil**

征求意见稿

2025 - - 发布

2025 - - 实施

广西电子商务企业联合会 发布

## 目 次

前 言 .....	II
一、引言 .....	1
二、范围 .....	1
三、规范性引用文件 .....	1
四、术语和定义 .....	2
五、基本原则 .....	3
六、设备与试剂要求 .....	3
七、安全要求 .....	3
八、现场作业流程 .....	4
九、现场检测操作 .....	4
十、质量控制与质量保证 .....	4
十一、数据处理与报告 .....	5
十二、设备维护与校准 .....	5
十三、资料归档 .....	5

## 前　　言

本文件依据GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西产学研科学研究院提出。

本文件由广西电子商务企业联合会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

# 现场便携式土壤重金属快速检测操作规程

## 一、引言

随着工业化、城镇化和农业现代化的快速发展,土壤重金属污染已成为影响农产品质量安全、生态环境安全和人体健康的重大环境问题。广西作为我国有色金属资源大区和重要的农业生产基地,土壤重金属背景值复杂,部分地区存在重金属污染风险,对土壤环境质量快速筛查和风险评估提出了迫切需求。现场便携式重金属快速检测技术因其操作简便、检测快速、成本较低等优势,在土壤污染初步筛查、应急监测和修复过程监控中发挥着重要作用。然而,目前现场快速检测方法种类繁多,操作程序不一,质量保证措施缺乏统一标准,导致检测结果可比性、可靠性参差不齐,难以满足环境管理决策的准确性要求。为规范广西土壤重金属现场快速检测行为,提升检测数据的科学性和有效性,广西产学研科学研究院依据国家土壤环境质量标准、分析检测技术规范及相关计量认证要求,结合广西土壤类型(红壤、赤红壤、石灰土等)特性和主要重金属污染特征,组织研制本操作规程。本规程旨在建立现场便携式土壤重金属快速检测全过程的标准化技术框架,为环境监测机构、第三方检测单位、科研院所及相关管理部门提供科学、规范的操作指导,服务于广西土壤环境质量调查、风险管控和修复治理工作。

## 二、范围

本规程规定了使用现场便携式设备(主要为基于X射线荧光光谱法(XRF)原理的便携式重金属分析仪)进行土壤重金属快速检测的术语和定义、基本原则、设备与试剂要求、安全要求、现场作业流程、样品采集与预处理、现场检测操作、质量控制与质量保证、数据处理与报告、设备维护与校准以及资料归档等方面的技术要求。本规程适用于广西壮族自治区内对农用地、建设用地等土壤中铅(Pb)、镉(Cd)、砷(As)、汞(Hg)、铬(Cr)、铜(Cu)、镍(Ni)、锌(Zn)等重金属元素的现场快速筛查与半定量/定量检测。本检测方法主要适用于土壤污染状况初步调查、筛查监测、应急监测和修复过程监测,其结果可作为进一步实验室精确分析的参考,但用于环境管理重要决策时,应依据国家规定采用标准实验室方法进行确认分析。其他原理的便携式重金属检测设备(如阳极溶出伏安法等)可参照本规程相关原则执行。

## 三、规范性引用文件

下列文件对于本规程的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本规程。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本规程。

- GB 15618-2018 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准(试行)
- GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)
- HJ/T 166-2022 土壤环境监测技术规范
- HJ 25.1-2019 建设用地土壤污染状况调查技术导则
- HJ 25.2-2019 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则
- HJ 803-2022 土壤和沉积物 12种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法
- GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
- JJG 1157-2018 X射线荧光光谱法元素分析仪检定规程
- 《检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求》(RB/T 214-2017)

#### 四、术语和定义

GB 15618—2018、HJ/T 166—2022、JJG 1157—2018 界定的以及下列术语和定义适用于本规程。

##### （一）现场便携式土壤重金属快速检测

在土壤样品采集现场或附近，使用便携式分析设备，对土壤样品中重金属元素含量进行快速测定或筛查的活动。

##### （二）便携式X射线荧光光谱分析仪（便携式XRF）

一种基于X射线荧光光谱分析原理，可携带至现场，通过X射线激发样品中原子产生特征X射线荧光，从而对元素进行定性和定量分析的分析仪器。

##### （三）筛查检测

为识别土壤是否存在污染风险，或初步判断污染物浓度是否超过某一关注水平（如风险筛选值）而进行的快速检测。

##### （四）半定量检测

在缺乏完全匹配基体标准物质或未进行严格基体校正的情况下，对元素含量进行大致范围的估测。

##### （五）定量检测

通过使用与样品基体匹配的标准物质或经过严格基体校正的校准曲线，对元素含量进行相对准确测定的检测方式。

##### （六）检测限

在给定的置信水平下，分析方法能够检测出的样品中待测元素的最小浓度或最小量。

##### （七）基体效应

样品中除待测元素外的其他组分（基体）对分析信号强度或分析结果产生的影响。

##### （八）现场质量控制样品

在现场检测过程中，用于监控检测过程稳定性和准确性的已知含量或特性稳定的物质，包括空白样品、质控样、平行样等。

## （九）仪器性能核查

在检测过程中或检测前，使用标准物质或校准件对仪器的关键性能指标（如能量分辨率、重复性、稳定性）进行检查和确认。

## 五、基本原则

现场便携式土壤重金属快速检测应遵循以下基本原则：规范性原则，检测活动应严格遵守本规程及相关技术标准的要求，确保操作步骤的标准化和一致性。安全性原则，操作人员必须充分了解设备辐射安全、化学安全和现场作业安全要求，采取必要的防护措施，确保人员和环境安全。代表性原则，样品采集、制备和检测过程应确保所获数据能够代表检测区域土壤的重金属含量状况。准确性原则，在设备性能范围内，通过质量控制措施尽可能减小系统误差和偶然误差，提高检测结果的准确性和可靠性。溯源性原则，检测结果应能通过校准标准物质、仪器检定/校准等方式，追溯至国家或国际计量基准。时效性原则，充分发挥现场快速检测的优势，在保证质量的前提下，提高检测效率，及时获取现场信息。质量保证原则，建立覆盖检测全过程的质量控制体系，对人员、设备、样品、方法、环境等要素进行有效控制，确保检测数据质量。

## 六、设备与试剂要求

使用的便携式 XRF 分析仪（以下简称“仪器”）应满足以下基本要求：仪器应具备检测目标重金属元素（如 Pb、Cd、As 等）的能力，并明示其对各元素的检测限（LOD）和定量限（LOQ）。对于农用地和建设用地土壤风险筛查，仪器对关键元素（如 Cd、Pb、As、Hg）的检测限应至少低于 GB 15618 和 GB 36600 中相应风险筛选值的 1/3，建议 Cd、Hg 的 LOD 分别达到 0.1 mg/kg 和 0.01 mg/kg 以下（对于高性能仪器）。仪器应性能稳定，具有良好的重复性和短期稳定性（如对标准样品连续测量 10 次，其相对标准偏差 RSD 一般应小于 10%）。仪器应具备能量分辨率调节、谱图显示、基本数据处理和存储功能。仪器应定期（通常每年至少一次）送至有资质的计量技术机构进行检定或校准，并取得有效的检定证书或校准报告。使用前应依据 JJG 1157 进行性能自核查。应配备必要的附属设备及耗材，包括：样品预处理工具（如清洁的塑料铲、木槌、玛瑙研钵、尼龙筛（100 目，0.15mm）、样品袋、标签等）；样品杯或样品膜（用于承载待测样品，要求材质纯净、无重金属污染，如聚丙烯薄膜、Mylar 膜等）；校准用标准物质，包括仪器出厂配备的校准块，以及至少一种与土壤基体相匹配的有证标准物质（CRM），用于验证仪器准确度；现场记录工具（如平板电脑、防水记录本、GPS 定位仪、数码相机等）；安全防护设备（如辐射剂量报警仪、个人剂量计、防护手套、口罩等）。所有试剂和材料在使用前应确认其不会引入待测重金属污染。

## 七、安全要求

便携式 XRF 分析仪在工作中会产生 X 射线辐射。操作人员必须接受专门的辐射安全培训，了解设备辐射特性、安全操作规程和应急措施，并持证上岗。仪器开机时，严禁将射线窗对准人体或他人。在测量过程中，操作人员应尽量与仪器保持安全距离（通常大于 0.5 米）。设备应配备明显的辐射警示标识。在运输和储存时，应确保仪器处于关闭状态并锁好安全锁。定期（如每年）由有资质的单位对仪器进行辐射防护监测，确保辐射泄漏剂量符合国家标准（通常要求距设备外壳 5cm 处空气比释动能率小于 1  $\mu$  Gy/h）。现场作业时，应注意交通安全、地质灾害风险、野外生物风险等，做好个人防护。在可能存在可燃、有毒气体的环境（如废弃化工厂、垃圾填埋场）作业时，应先进行气体检测，确保安全后方可进

入。样品采集和预处理过程中，应避免直接接触土壤样品，防止吸入扬尘，操作后及时洗手。妥善处置检测产生的废弃物。

## 八、现场作业流程

一次完整的现场便携式土壤重金属快速检测作业应包括以下主要环节：前期准备，明确检测目的、目标区域、检测指标和预期质量要求。收集区域地质、土壤类型、历史污染信息等资料。制定详细的现场作业方案，包括布点方案（可参考 HJ 25.1、HJ/T 166）、采样方法、检测计划、安全预案和质控计划。检查所有设备、试剂、耗材、安全装备和记录工具是否齐全、完好、有效。对仪器进行必要的性能核查和预热。现场踏勘与确认，到达现场后，核对点位坐标和现场环境是否与方案一致。评估现场作业安全条件。如有变更，需记录原因并调整方案。样品采集，按照既定方案和 HJ/T 166 要求进行土壤样品采集。采集表层土壤（0~20cm）或指定深度的土壤样品。使用清洁工具，避免交叉污染。每个样品采集足够量（通常不少于 500g），装入贴有唯一标识标签的样品袋中。记录采样点位信息（经纬度、周边环境、土壤性状等），并拍照留存。样品预处理，在洁净、避风、平整的场地上进行样品预处理。将采集的土壤样品自然风干或在低于 40℃ 条件下烘干。用木槌或硬质塑料棒轻轻压碎土块，剔除石块、植物根系等异物。使用尼龙筛（100 目）过筛，混匀后装入样品杯或铺展在样品膜上，准备检测。样品厚度应满足仪器要求（通常要求无限厚，如大于 3mm），表面平整、压实、均匀。现场检测，按照第 8 章要求进行仪器操作和样品测量。质量控制，同步开展现场质量控制样品的制备与测量，如现场空白、平行样、质控样等。数据记录与初步判读，实时记录测量数据、仪器状态、环境条件和质控结果。对异常数据或超筛选值数据应进行复测或标记。样品保存与运输，将剩余样品按规定要求保存，必要时送实验室进行比对或确认分析。现场清理，清理工作区域，妥善处置废弃物，恢复现场原状。数据整理与报告，返回后及时整理数据，进行必要的数据处理，编制检测报告。

## 九、现场检测操作

仪器开机与预热，在安全环境下开启仪器，按照制造商说明书进行预热（通常需要 10~30 分钟）。预热期间，严禁将射线窗对准人体。仪器校准与性能核查，使用仪器自带的校准块（如 Al/Cu 片）进行能量校准和谱仪状态检查。使用至少一种土壤基体有证标准物质（CRM）进行准确度核查。测量标准物质的结果应在标准值的不确定度范围内或满足制造商声明的准确度要求（如相对误差在±20% 以内）。若核查失败，应查找原因（如仪器漂移、标准物质问题、操作问题等），必要时重新校准或暂停使用。样品测量，将制备好的样品杯或铺有样品的样品膜平稳放入仪器测量仓，确保样品完全覆盖射线窗。选择与检测目标相匹配的分析模式（如土壤模式、矿山模式等）和测量时间。测量时间应根据目标元素含量和精度要求设定，一般不少于 60 秒，对于痕量元素或需要更高精度的测量，可延长至 120~300 秒。启动测量，测量过程中保持仪器稳定，避免震动。每个样品通常应至少测量 2~3 次，计算平均值。若单次测量值差异过大（如 RSD>20%），应检查样品均匀性或仪器稳定性。记录每个样品的测量谱图、元素浓度值及不确定度（若仪器提供）。测量完毕后，及时清理样品仓，避免交叉污染。现场质控样测量，在每批（如每 10 个样品或每天）检测中，应插入现场质控样测量。包括：现场空白样（使用经确认无污染的纯石英砂或类似基体材料），其测量值应低于方法检测限。平行样，随机抽取不少于 10% 的样品进行现场平行样测定，平行样相对偏差（RD）一般应不大于 30%。有证标准物质（CRM），每批样品测量中至少插入一个土壤基体 CRM 进行准确度控制。环境条件记录，记录检测时的环境温度、湿度、天气状况等可能影响仪器性能的因素。

## 十、质量控制与质量保证

建立并实施覆盖检测全过程的质量控制程序。人员要求，检测人员应经过专业培训，熟练掌握仪器原理、操作规程、安全知识和质量控制要求，考核合格后方可上岗。设备管理，建立仪器档案，包括说明书、检定/校准证书、维修记录、性能核查记录等。定期进行维护保养。每次使用前后进行外观和基本功能检查。样品管理，确保样品标识清晰、唯一，防止混淆和污染。详细记录样品从采集到检测的全过程。检测过程控制，严格执行校准和性能核查程序。优化测量参数（如电压、电流、滤光片、测量时间）以获得最佳信噪比。注意基体效应的影响，对于高水分、高有机质或特殊矿物组成的土壤，结果解释需谨慎，必要时进行实验室方法比对。室内比对与实验室确认，定期将现场快速检测结果与实验室标准方法（如HJ 803）分析结果进行比对，评估快速检测方法的准确度和适用性。对于现场检测发现的重金属含量接近或超过风险筛选值的样品，应采集保留样品送有资质的实验室进行确认分析。质量控制图，对长期使用的有证标准物质的测量结果建立质量控制图，监控仪器和分析过程的长期稳定性。不确定度评估，认识到现场快速检测结果的不确定度通常大于实验室方法。应了解并记录影响结果的主要不确定度来源，如样品不均匀性、基体效应、仪器稳定性、校准不确定度等。在报告中必要时对结果的不确定性进行说明。

## 十一、数据处理与报告

测量数据的处理应遵循科学、客观的原则。仪器直接输出的数据应进行审核，剔除明显不合理或受干扰的数据（如谱线重叠干扰严重、计数率异常等）。计算平行样测量的平均值。若仪器提供了元素间干扰校正算法，应予以应用。将测量浓度单位统一为mg/kg（干基）。对于半定量结果，应明确标注“估算值”或“半定量结果”。检测报告应信息完整、准确清晰、结论客观。报告内容至少应包括：报告标题和编号；检测单位信息；委托单位信息；检测目的和依据；检测仪器型号、编号及校准/检定状态；检测日期和地点（可附点位图）；检测方法概述；质量控制措施及结果；检测结果列表（包含样品编号、检测元素、检测结果、单位、方法检测限等）；必要的结论与建议（如是否超过特定风险筛选值）；检测人员、审核人员和批准人员签字；报告日期。应明确指出本检测结果为现场快速检测结果，主要用于筛查和初步判断，重要决策需以实验室标准方法确证结果为准。

## 十二、设备维护与校准

建立仪器的日常维护、定期保养和校准制度。日常维护，每次使用后清洁仪器外表和样品仓。检查电池电量，及时充电。妥善存放于干燥、清洁、温度适宜的环境中。定期保养，按照制造商建议的周期进行深度维护，如清洁探测器窗口、检查密封件、更新软件等。校准，仪器应定期（通常每年至少一次）送至有资质的机构进行检定或校准。在使用过程中，若性能核查连续失败、经过重大维修或搬运后，应及时进行校准。期间核查，在两次正式校准之间，应定期（如每月或每季度）使用有证标准物质进行期间核查，确保仪器状态持续受控。

## 十三、资料归档

所有与检测活动相关的资料应系统归档，保存期限符合相关管理规定（一般不少于6年）。归档资料应包括：检测任务书或合同；现场作业方案及变更记录；现场采样记录、样品交接记录；仪器使用记录、校准/检定证书、性能核查记录；原始测量数据、谱图及数据处理记录；质量控制记录；检测报告正副本；内部审核、管理评审及纠正预防措施记录等。鼓励建立电子化档案管理系统。

本规程的严格执行，将有效规范广西土壤重金属现场快速检测行为，提升检测数据的可靠性和可比性，为土壤环境风险初步识别、应急响应和修复过程监控提供及时、有效的技术支撑，服务于广西土壤污染防治和生态文明建设。

---