中华人民共和国国家计量技术规范

《土壤有机质分析仪校准规范》

**编制说明**

**目录**

**一、标准制修订计划来源与立项情况**

**二、编制原则和依据**

**三、标准内容简介**

**四、制订内容说明**

**五、不确定度评定**

**六、总结**

**一、标准制修订计划来源与立项情况**

**标准制定情况：**

标准名称：土壤有机质分析仪校准规范

标准立项：依据按总局计量函〔2021〕XX号《市场监管总局计量司关于国家计量技术规范制定、修订及宣贯计划有关事项的通知》和全国环境化学计量技术委员会（2021）XX号《关于落实2021年国家计量技术规范制定、修订计划的函》

提出单位：上海市计量测试技术研究院

起草单位：上海市计量测试技术研究院、上海仪乐分析仪器股份有限公司

**任务背景：**

《总局计量发展规划（2021-2035）》中专栏4.重点领域关键计量技术创新——02.美丽中国与能源领域:重点针对环境监测、评价和治理，以及能源生产、使用和贸易对计量技术的迫切需求，开展土壤、水资源、大气、新能源和能源产品等关键计量技术与标准物质的研究，提高环境监测数据准确度，健全能源计量溯源体系，有力支撑我国绿色、可持续和高质量发展。该项目符合总局提出的关于开展土壤等关键计量技术与标准物质的研究。

研究内容通过研究全自动土壤有机质分析仪，将土壤中有机质含量转化为碳含量的方法，经过计算碳含量，换算得到土壤中有机质的含量测定。研究土壤有机质分析仪对于有机质与碳含量转换等的计量方法；开展环保、勘测等重点行业领域有机质测量方法、量传溯源方法及关键共性计量技术研究，探索开展有机质和碳含量测量等研究，形成重点区域、重点行业或重点领域等试点应用，助力全国土地有机质和碳含量的统计监测能力提升。

目前，上海市计量院化学所已获批承担《土壤有机质分析仪校准规范》的制定工作，并且肩负着对全国该类产品技术把关的重要责任，以达到更好地服务产品技术监管及技术升级的目的。

**二、编制原则和依据**

1．本标准在制定中应遵循以下基本原则

a）本标准编写格式应符合JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059-2012《测量不确定度评定与表示》等标准的规定。

b）本标准要与国家的节能政策、环境保护政策等相一致；

c）本标准要与已颁布实施的相关标准进行衔接；

d）本标准规定的技术内容及要求应科学、合理，具有适用性和可操作性。

2. 本标准编写的依据

在本标准编写过程中，参考了JJG975-2002《化学需氧量（COD）测定仪》、NY/T1121.6-2006《土壤检测 第6部分：土壤有机质的测定》、LY/T1237-1999《森林土壤有机质的测定》的有关规定和相关技术材料。

**三、标准内容简介**

1. 本规范为了使该类仪器对社会出具准确、有效的数据，对如下计量特性进行了要求，主要包括：

|  |
| --- |
| 项目 |
| 温度偏差（℃） |
| 消解时间计时误差（s） |
| 示值误差（%） |
| 重复性（%） |

1. 本规范对主要性能的校准方法和校准结果等做了统一的规定，同时对校准条件、校准仪器设备等也做了统一的要求。
2. 本规范重点提出了土壤有机质分析仪可以作为重铬酸钾滴定方法的自动化仪器，规避传统重铬酸钾手工滴定方法的弊端（前处理复杂、分析周期长、操作流程繁琐、人员误差大等）。
3. 本规范立足重铬酸钾滴定方法的自动化，逐渐替代传统重铬酸钾手工滴定法的方法和经验。本规范中可依据仪器的实际情况，针对有多个消解加热系统的仪器，进行温度均匀性校准，若无多个加热部分，可以对该技术指标不予校准。
4. **制订内容说明**

1.本规范适用范围

本规范适用于重铬酸钾滴定原理土壤有机质分析仪的校准。

2.标准器配备

ASA-1b-CZ~ ASA-10a-CZ等土壤有效价态成分分析标准物质，都能满足要求。目前这些标准物质在行业中相关的技术机构都能购得（如：中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所等）。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 型号规格 | 标准值(g/kg) | 标准偏差(g/kg) (*k*=2) | 研制单位 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-1b-CZ | 5.88 | 0.06 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-2b-CZ | 8.01 | 0.07 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-3b-CZ | 8.15 | 0.10 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-4b-CZ | 7.43 | 0.06 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-5b-CZ | 5.09 | 0.07 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-6b-CZ | 6.53 | 0.08 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-7a-CZ | 7.10 | 0.04 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-8a-CZ | 8.37 | 0.14 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-9a-CZ | 8.35 | 0.09 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |
| 土壤有效价态成分分析标准物质 | ASA-10a-CZ | 8.80 | 0.08 | 中国地质科学院地球物理与地球化学勘查研究所 |

3.温度偏差

土壤有机质分析仪的消解温度，会影响重铬酸钾的氧化能力，氧化能力随着温度的升高而增大。如果温度太低，则不利于消解反应。通常取油浴的沸腾点180℃，作为加热控温点。但一般情况下，样品油浴消解时，无法完全密闭，为了精确控温，大部分仪器厂商设定控温点都在(170~180)℃。温度偏差就是考察仪器消解部分对样品消解过程时的精确控温。

4.消解时间计时误差

土壤有机质分析仪的消解时间，是随着开始消解反应，时间的增大，氧化率而增大，但当消解时间在5分钟以后，变化幅度逐渐趋于平缓，且有下降趋势。所以消解时间设定为5分钟。消解时间计时误差是考察仪器消解部分对样品消解过程时的精确控时。JJG975-2016《化学需氧量（COD）测定仪》中对消解时间示值误差是要求优于2%。对5分钟而言，相当于6秒，而目前市场上的土壤有机质分析仪都是电脑控制，自动计时，在计时误差上控制的很好，所以将技术要求提高至5 秒。

5.示值误差

待仪器稳定后，按照仪器使用说明书要求调试。对于相对分析的仪器来说，必须选择合适的量程，依次加入标准物质含量20%、50%、80%的土壤有机质标准溶液进行测量。

考虑到规范更多地是从使用角度考核仪器的计量性能，而不同型号的仪器，其调试方法与技术要求各不相同，因此，本规范没有对仪器的量程和测量点做出具体规定。选择使用标准物质含量的20%、50%、80%三个测量点，已基本覆盖用户使用的要求，没有必要再对仪器的线性范围进行考察。

6.重复性

在仪器正常工作状态下，加入浓度为标准物质含量50%的土壤有机质标准溶液进行测量，重复7次，以相对标准偏差来表征仪器的重复性。

8.校准间隔

作为相对测量手段，由于土壤有机质分析技术及分析设备的复杂性，影响仪器稳定工作的因素较多，特别是由于硬件指标漂移导致的工作曲线老化问题，有可能给测量结果带来很大的误差；因此，行业内通用的做法是仪器用户进行经常性的自主检查验证，考虑到仪器的使用频率较高，仪器的校准周期定为1年。

**五、不确定度评定**

1. 按照JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》和JJF1059《测量不确定度评定与表示》相关要求，编写了附录C校准结果的不确定度评定实例（见校准规范）。
2. **六、总结**
3. 在本规范的制定过程中，起草小组以大量技术资料及相关标准、实验数据为技术依据，本着科学合理、易于操作和普遍适用的原则，制定完成了土壤有机质分析仪校准规范。