

《全/半自动土壤样品制备方法》 团体标准编制说明

《全/半自动土壤样品制备方法》编制组

2023年3月

目 录

1 项目背景	1
2 任务来源	1
3 主要工作过程	2
4 编制的必要性	2
5 主要工作内容	3
5.1 编制原则	3
5.2 工作方法	3
5.3 技术路线	5
5.4 标准主要内容	6
6 主要条文	6
6.1 适用范围	6
6.2 规范性引用文件	6
6.3 术语和定义	7
6.4 土壤样品制备的准备工作	9
6.5 基本流程和方法	9
6.6 土壤样品的保存和管理	15
6.7 样品制备质量控制	16
6.8 附录 A 注意事项：避免样品污染	17
6.9 附录 B 涉及的仪器设备	20

1 项目背景

当前，国内对于土壤制备的标准规范为《土壤环境监测技术规范》（HJ/T166-2004）。该规范以手工样品制备操作方式为基础，统一规定了土壤样品制备要求，对规范全国土壤环境样品制备发挥了重要作用。近年来，国产实验室仪器得到了长足的发展，环境实验室中有大量全/半自动化土壤样品制备仪器逐渐得到推广应用，在达到《土壤环境监测技术规范》（HJ/T166-2004）中对防止样品交叉污染、保证样品代表性要求的同时，有效提高了土壤样品的制备效率，并降低手工制备样品的劳动强度和人身损害。为进一步规范全/半自动化土壤样品制备，亟需制定相关标准规范。

2 任务来源

目前国内没有土壤样品制备时使用全/半自动化制备（前处理）仪器的相关标准规范，对于如何利用全/半自动化仪器制备样品缺乏全面梳理和总结，相关技术规范的缺失和不完善导致在实际实验室土壤样品制备时没有参考，制样过程难以控制，不同实验室所制备的样品代表性不一致，后续实验结果的横向比较可信度较低。因此，结合我国土壤样品制备相关前处理仪器的使用和发展现状，有必要对这一技术进行梳理和总结，建立行之有效、科学合理的土壤样品制备方法。

为改善生态环境质量，满足环境管理与循环经济的发展需求，突破生态环境标准发展瓶颈，根据 2022 全国标准化工作要点，深化标准化改革创新，着力提升标准质量效益，加强标准国际化工作，进一步构建推动高质量发展的标准体系，依据《中华人民共和国标准化法》和《团体标准管理规定（试行）》的相关规定，山东省土壤污染防治中心决定立项并联合相关单位制定《全/半自动土壤样品制备方法》团体标准。

3 主要工作过程

2022年3月 - 2022年9月，编制组广泛收集、分析了国内外相关资料，对土壤样品制备相关的制样实验室进行现场调查研究，了解一线实验室相对于传统手工制备，对于使用前处理仪器进行全/半自动制备的必要性和可行性，在土壤样品制备时实际仪器设置的使用情况、使用参数、关注的技术要点、遇到的主要问题。

2022年10月，山东省土壤污染防治中心牵头组建了标准编制小组。编制组召开内部研讨会，初步拟定了标准编制的工作目标、工作内容，确定了标准技术路线以及任务分工。

2023年1月，编制组汇总并分析了调研资料，完成了《全/半自动土壤样品制备方法》（初稿）。

2023年2-3月，形成了《全/半自动土壤样品制备方法》的内部征求意见稿及编制说明。

4 编制的必要性

目前针对土壤样品制备，大部分制样实验室还是停留在传统的手工制样，手工制样需要人员多，工作量和强度都很大。手工制样因制样工具、平台的开放性（如粗粉碎时需要用木锤敲打挤压干燥的、硬化的土壤样品），破碎过程中产生的粉尘还会带来实验室环境的污染，敲击声还会带来噪音污染，对制样人员的身体造成危害。此外，严格按照标准流程进行制样，制样效率较低，影响个人绩效，所以传统手工制样方法对于实验室人员有痛点、难点问题。

全/半自动化设备的使用可有效解决制样强度、噪音、制样效率、环境污染问题，所以改善制样方法，制定全自动化和半自动化土壤制备标准非常有必要。

5 主要工作内容

5.1 编制原则

按照 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》的规定起草和编写本标准的内容。

遵循现有标准核心要点，对土壤样品制备相关的 HJ/T 166-2004《土壤环境监测技术规范》和总站土字【2018】407号《土壤样品制备流转与保存技术规定》中有关制备样品的要点进行提炼总结，结合其它标准并以此为依据对新标准进行编制。

保证标准的适用性、先进性；注意标准的统一性和协调性。

5.2 工作方法

根据工作计划及大纲，在国内外资料调研的基础上，开展土壤样品制备技术的调研。采取现场调研、专家咨询、文献收集等方式，掌握现有土壤样品制备标准的制定规范和要点，深入相关土壤样品实验室，了解实验室现有前处理仪器的种类、状态以及实际土壤样品制备中对相关仪器的需求和实际应用的情况。在此基础上，编制标准初稿，根据专家意见进一步补充完善标准的内容，形成征求意见稿及编制说明，并公开征求意见，根据意见修改形成送审稿，然后进行审查修改形成报批稿，最后报批并发布。

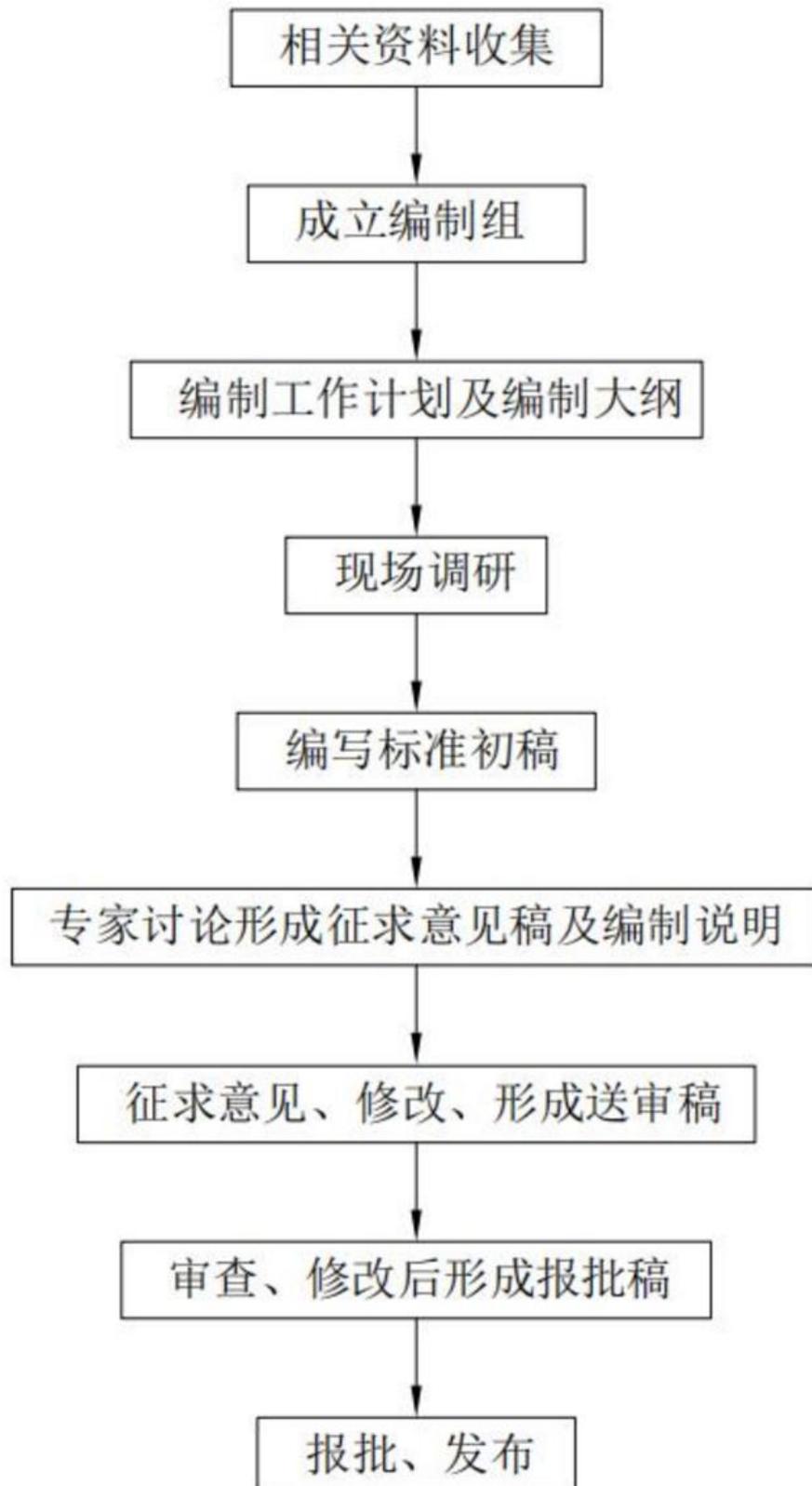
综合调研，通过广泛的文献和资料查询，对国内外土壤样品全自动化、半自动化制备方法进行详细的综合调研，把握现有土壤样品制备标准的规范要点，明确使用前处理仪器进行全/半自动化土壤样品制备的关键要点，确定全/半自动化土壤样品制备的需求。

实地调研，在综合调研的基础上，明确拥有土壤样品制备业务的相关实验室，梳理代表性主要实验室，前往实验室进行实地调研工作，为标准的编制提供依据。

专家咨询，咨询涉及土壤样品制备和后续分析检测的相关实验员、研

究员、领域内专家、学者、实验室主要负责人、相关企业技术人员。听取专家的技术意见，并结合多年来土壤样品制备的经验，确定标准的框架结构、技术重点、条款内容。组织研讨会，对标准进行咨询和论证，在充分吸收专家意见的基础上，不断完善文本，为使用全自动化设备、半自动化仪器设备进行土壤样品制备提供技术指导。

5.3 技术路线



5.4 标准主要内容

本标准的主要技术内容及框架如下：

- 1) 适用范围
- 2) 规范性引用文件
- 3) 术语和定义
- 4) 基本流程和方法
- 5) 土壤样品制备的准备工作
- 6) 土壤样品的制备方法
- 7) 土壤样品的保存和管理
- 8) 样品制备质量控制

附录 A) 注意事项：避免样品污染

附录 B) 涉及的仪器设备

附录 C) 土样品制备记录表

附录 D) 土壤样品流转记录表

6 主要条文

6.1 适用范围

本标准规范了全/半自动化土壤样品制备时的术语和定义、基本方法和原理、涉及的仪器设备、土壤样品制备的准备工作、土壤样品的制备方法、土壤样品的保存和管理、样品制备质量控制以及防重金属污染注意事项等。

标准适用于土壤样品制备的全/半自动化方法及设备。

6.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。其中，注日期的引用文件，

仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 15312-2008	制造业自动化 术语
GB 5959.6-2008	电热装置的安全 第6部分
HJ/T 166-2004	土壤环境监测技术规范
NY/T 395-2012	农田土壤环境质量监测技术规范
DZ/T 0130.2-2006	地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部分
DZ/T 0130.4-2006	地质矿产实验室测试质量管理规范 第4部分
LY/T1210-1999	森林土壤样品的采集与制备
HJ613-2011	土壤干物质和水分的测定 重量法
总站土字【2018】407号	土壤样品制备流转与保存技术规定
	《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》环办土壤〔2017〕

59号

6.3 术语和定义

标准条款：

GB/T 15312-2008、HJ/T166-2004规定的术语及定义和以下术语及定义适用于本文件。

6.3.1 全自动化 full automation

全自动化是指将过程、进程或设备转换变成按照设定自动执行。

6.3.2 半自动化 semi automatization

半自动化是指在人的干预下自动进行工作循环的自动化方式。

6.3.3 微波真空干燥 Microwave vacuum drying

通过创造真空环境使水的沸点降低，再利用微波使水分子共振升温，

实现样品的快速干燥。

6.3.4 三维混样 3D mixing

混样桶同时具有平移、自旋和翻转运动，筒体内的物料沿筒体做环向、径向和轴向的流转，从而达到三维混合效果。

6.3.5 旋转分样 Sample automatic divide

样品通过自动进样器匀速流入分样顶冠的进样漏斗，通过分样顶冠均分至采样瓶中。

6.3.6 旋转缩分 Automatic rotating sample divide

样品匀速进入到旋转缩分仪内，通过底锥上多个可调缝隙大小的开口，使样品以需求比例进入到接收容器中实现样品的缩分。

6.3.7 摆动缩分 Swing sample divide

样品匀速进入到旋转缩分仪内，通过顶部圆锥体内部往复摆动的导流管，将样品均匀以相应的比例进入到接收容器中实现样品的缩分。

6.3.8 三维振荡筛分 3D Vibratory Sieve

通过电磁驱动产生三维抛掷运动效果，使筛分样品在重力作用下达到对应粒度的样品通过筛网，可以通过堆叠筛网实现多级粒径的筛分。

6.3.9 空气筛分 Air Sieve

通过气流将筛网上样品吹起分散，收集口通过真空设备产生的负压，小于筛网粒径的样品在负压和重力共同作用下通过筛网，实现样品筛分。

说明：本部分为执行本标准制定的专门的术语和对容易引起歧义的名词进行的定义。全自动化、半自动化定义参考《制造业自动化 术语》（GB/T 15312-2008）；微波真空干燥定义参考《电热装置的安全 第6部分：工业微波加热设备的安全规范》（GB 5959.6-2008）、《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）中对于土样干燥的要求，结合真空环境下水的蒸

发温度而来；三维混样、旋转分样、旋转缩分、摆动缩分、三维筛分、空气筛分定义参考《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）定义而来。

6.4 土壤样品制备的准备工作

标准条款：

针对全/半自动化样品制备，需要注意满足以下条件和要求。

6.4.1 样品干燥室要求条件

样品干燥室应设在通风、整洁、无扬尘和无易挥发化学物质(如酸蒸汽和氨气等)的房间，面积应满足工作量的需求，不应低于 10 m²；严防阳光直射样品。

6.4.2 制样室要求条件

制样室应设在通风、整洁、无扬尘和无易挥发化学物质(如酸蒸汽和氨气等)的房间，并配备通风柜；多样品同时加工的制样室，应有防止交叉污染的有效隔离措施:应安装除尘装置，大型制样室还应有集尘装置。

说明：根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）对于土壤样品干燥室及制样室的要求，结合设备使用环境要求制定此条款。

6.5 基本流程和方法

标准条款：

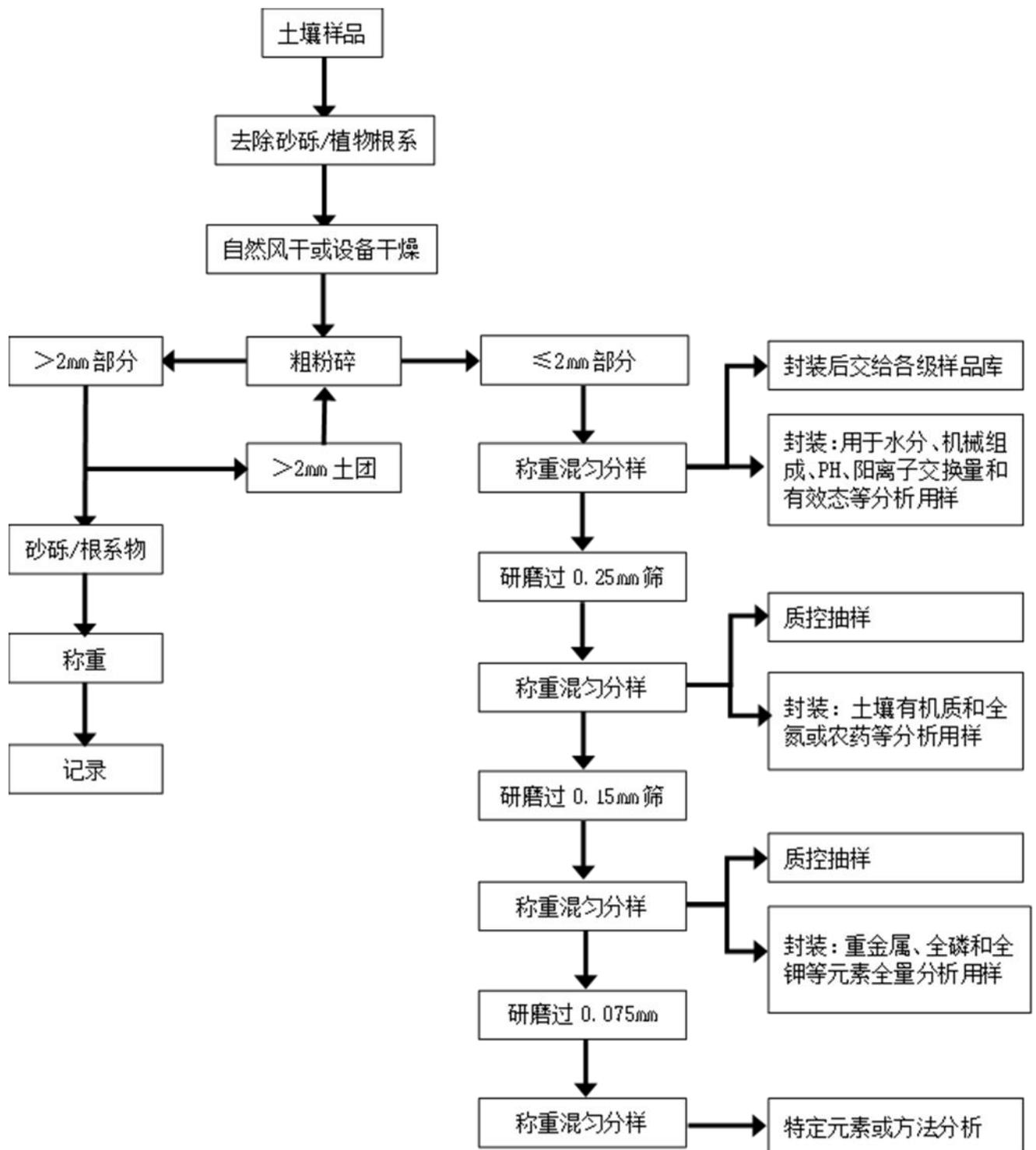


图 1 土壤样品制备半自动化流程图

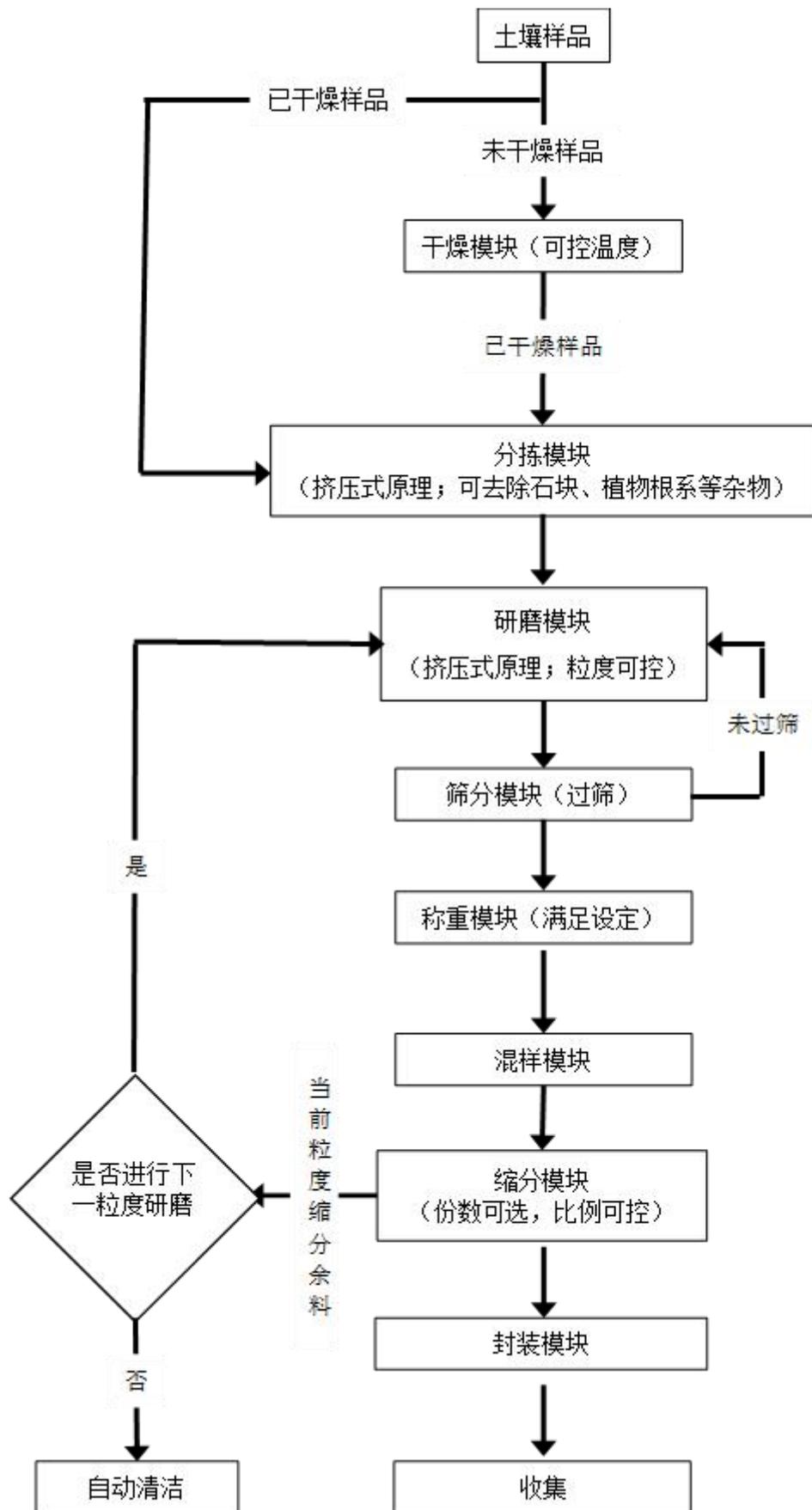


图 2 土壤样品制备自动化流程图

说明：根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）、《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》（环办土壤〔2017〕59号），同时参考《森林土壤样品的采集与制备》（LY/T1210-1999）、《农田土壤环境质量监测技术规范》（NY/T 395-2012）对于土壤样品制备的流程设计，结合实际调研结果，将手工制备的流程节点调整为使用半自动化仪器进行，从而逐步完善和细化了半自动化制备的流程图。而在全自动样品制备时，因大部分流程节点和判定有自动化系统实现，因此整体流程得到了大幅的简化，但是仍然需要符合参考文件的关键流程步骤，最终根据实际调研相关仪器产品能够实现的流程和效果，确定了土壤制备自动化制备流程。

6.5.1 土壤样品半自动化制备

标准条款：

半自动化土壤样品制备需要利用干燥设备、研磨仪、筛分仪、分样仪、混样仪等仪器进行样品制备，具体仪器的选用可参考附录B、涉及的仪器设备中的相关章节。

在土壤样品半自动化制备无机样品时，首先对新鲜的土壤样品尝试去除其中杂质后进行干燥处理，干燥方法可选择自然风干，或在不影响目标物测试结果的情况下，使用土壤干燥设备干燥样品。

粗粉碎：干燥后的样品可通过粗粉碎仪器、粉碎至2mm（10目）粒径，通过筛分仪器进行粒径确定并去除其中大于2mm（10目）的砂砾、植物根系等杂质同时记录相关重量，大于2mm的土团需重复粉碎直到全部通过2mm（10目）筛。小于等于2mm（10目）的样品全部收集后使用混样仪器混匀

样品。根据样品用途区分为储存用样、分析用样、细磨用样。根据样品用量使用分样仪器或缩分仪器获得所需份数的样品，将储存用样封装后交给各级样品库储存；分析用样封装后交给实验室进行分析实验；细磨用样留存后续制备使用。

样品的细磨：根据各项分析用样粒度需求的不同，可将粗粉碎后的样品逐级研磨至 0.25mm（60 目）、0.15mm（100 目）、0.075mm（200 目）。在完成每个级别的研磨后需要使用筛分仪进行粒径确定，过筛后通过混样仪充分混合样品，通过分样仪或缩分仪，根据样品用途（留存、分析、继续细磨等）获取所需用量的样品。可根据细磨仪器特性进行研磨设备选择，完成当前粒度样品的制备。

注 1：过 2mm 筛的样品可用于水分、机械组成、pH 和阳离子交换量等项目的分析；过 0.25mm 筛的样品可用于有机质等项目的分析；过 0.15mm 筛的样品可用于金属元素全量等项目的分析；具体土壤样品粒径要求应根据分析项目的相应分析测试标准确定。

注 2：原始样品及各粒径样品储存、分析用样重量根据各项存储、分析指标要求最终确定。原始样品应 >500g、存储样品应 >200g、分析样品应 >100g。

6.5.2 土壤样品全自动化制备

标准条款：

使用全自动化设备进行土壤样品制备无机样品时，将样品放入设备指定位置，按照制样需求设定参数（样品干燥温度、所需的粒度以及该粒度下所需样品的重量、份数等）后启动制样工作。

设备按照设定已干燥样品可直接投入粗粉碎设备，未干燥样品进入自动化设备的干燥仓内按照设定温度进行干燥，干燥后进入分拣模块进行样品制备，从样品中分拣出大于 2mm（10 目）的石块、植物根系等。

分拣后的样品进行逐级研磨【2mm（10 目）、0.25mm（60 目）、0.15mm（100 目）、0.075mm（200 目）】。按照研磨、筛分、称重、混样、缩分、封装流程对当前粒级样品进行制备，研磨后未过筛样品进行重复研磨，直到全部通过当前粒级筛网。当前粒级样品在缩分后如有下一粒级样品需要制备，缩分余料重新进入研磨模块进行下一粒级样品全流程制备，直到全部完成参数设定粒级。当完成当前样品制备后，设备自动执行自动清洁操作对接触样品部位进行吹扫，防止对下一样品的制备造成交叉污染。

全自动化设备可记录制样过程中关键参数（样品编号、杂质重量、各级样品重量等）最终形成数据报表输出。

根据系统显示样品制备状态，等待样品制备完毕后从收集装置中取出封装好的样品。根据样品封装容器上的制样信息按用途分别将相应标注的样品送往各级样品库储存，将不同分析所需相应粒度的样品送往实验室进行分析。

注 1： 在使用自动化仪器设备进行制备时，应首先确保设备执行自动清洁操作，完成清洁操作后才能添加制样样品。否则无法确定是否会造成样品的交叉污染而影响样品的检测结果。此外在开始制备流程前还应检查样品封装容器是否充足，避免制备过程因缺少封装容器造成中断甚至造成样品泄露事故。

注 2： 假定所需各粒级样品重量为(A、B、C、D)，D 为最小粒级、份数

为 n ，所需放入样品最小总重量 Z 应为： $Z \geq n \cdot (A+B+C+2D)$ kg；若 $Z < n \cdot (A+B+C+2D)$ kg，则提示客户增加样品投放量为： $Z - n \cdot (A+B+C+2D)$ kg。

注 3：全自动化设备各功能模块原理应与半自动化设备一致。

说明：《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407 号）和《农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定》（环办土壤〔2017〕59 号）对于土壤环境监测的要求，结合新时代土壤样品制备的需求，优化了土壤样品制备基本流程。基于土壤样品制备的技术要求和操作规范，选取了成熟可靠的技术、工艺和设备来确保土样安全、稳定、高效率运行以及降低对制样环境的污染和操作人员的人身损害。土壤样品制备半自动化流程适用于实验室流水线式制备样品，各环节使用不同的设备，提升制样效率；土壤样品制备自动化流程适用于实验室集中快速处理样品，按需制成所需样品。

6.6 土壤样品的保存和管理

标准条款：

6.6.1 样品制备记录

样品制备完成后，需填写样品制备记录表，包括样品编号、粒径、干燥方式、研磨方式、重量、样品分装和制样人等信息。详见 附录 C：土壤样品制备记录表。

6.6.2 样品流转记录

样品制备完成后，制样人员需与实验室样品管理员交接样品，填写样品制备流转单包括样品编号、样品重量、粒径及数量、监测项目、制备人、领用人和领用时间等信息。详见附录 D：样品流转记录。

6.6.3 样品入库和领用记录

样品入库和领用均需严格办理记录手续。土壤样品入库记录包括样品编号、采样地点、粒径、样品量、移交人、样品库管理员和交接时间等信息；土壤样品领用记录包括样品编号、采样地点、粒径、领用人、领用量、样品剩余量、样品库管理员和领用时间等信息。

说明：根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）的基本要求及附表文件，制定了此条款。

6.7 样品制备质量控制

标准条款：

样品制备质量控制包括样品制备人员在样品制备过程中，对样品状态、工作环境和制备工作情况进行的自我质量控制，也包括质量监督人员的质量检查。制样人员应严格执行操作规程，如实填写土壤样品制备记录和样品记录流转单等。质量控制检查内容包括：样袋是否完整，编号是否清楚，样品重量是否满足要求，样品编号与样袋编号是否对应，制备干燥、破碎样品过程中是否有样袋破损或相互沾污的现象，破损样筛是否及时更换，样品瓶标签是否完整并正确等。

样品制备质量，可以采用以下几种指标进行定量评价：

（1）制样损耗率检查。

依据样品制备原始记录中粗磨或细磨前后的样品质量，分别计算损耗率；粗磨阶段损耗率应 $\leq 3\%$ ，细磨阶段应 $\leq 7\%$ 。

（2）样品过筛率检查。

样品过筛检查应在样品制备完成后，随机抽取任一样品的 10%，按照规定的网目过筛。过筛率达到 95% 为合格。过筛后的样品原则上不得再次放回样品瓶/袋中。

(3) 样品均匀性检查。

在样品混匀后、分装前，将充分混匀的土壤样品依次进行堆锥、平铺和对角线式取样，取出 5 个样品以目视法检查样品的均匀性。

说明：根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术》（总站土字〔2018〕407 号）规定的制样基础，《地质矿产实验室测试质量管理规范》（DZ/T 0130.2-2006）第 2 部分中分析试样制备的质量检查相关内容制定了对应条款。

6.8 附录 A 注意事项：避免样品污染

标准条款：

在样品制备的全过程中应避免样品受到污染，包括：

a) 防止重金属污染

包括样品制备过程中所使用工具、器皿、仪器设备，其与样品的接触面（包括样品盛放和暂存空间的内部）应为有机玻璃、木头、塑料、氧化锆、玛瑙、碳化钨或拥有防重金属涂层。

b) 防止样品交叉污染

在不同制备批次的样品之间需要避免交叉污染，制备不同样品批次之间时，应该对所使用的工具、器皿、仪器设备、实验室环境等通过擦抹、清洗、吹扫等方式进行清洁。清洁过程中尤其需要注意清洁工具的自洁，避免如抹布、毛刷等清洁工具的不洁造成样品交叉污染。特殊样品可采用

水洗清洁，应确保水质洁净不会引入污染物。

所选用的制样仪器设备需要方便拆卸清洁，避免仪器内部带来样品之间的交叉污染。

c) 防止杂质成分污染

在对样品进行干燥、粗粉碎环节时，需要去除土壤样品中的杂质，如植物根系、动物残骸、砂砾、石块、砖瓦、石灰结合等。在样品制备过程中，实验人员应做好个人防护，佩戴口罩、手套、帽子后进行样品制备，避免人源性污染物的引入。

说明：在《地质矿产实验室测试质量管理规范》（DZ/T 0130.4-2006）的土壤样品制备中要求采用“无污染机具进行制备”，根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）中对各种重金属检测项目要求及制样工具材质描述制定了避免样品污染条款。防重金属涂层中需无附表 10-1、10-2 所示重金属元素。

表 10-1 土壤常规监测项目及分析方法

监测项目	监测仪器	监测方法
镉	原子吸收光谱仪	石墨炉原子吸收分光光度法
	原子吸收光谱仪	KI-MIBK 萃取原子吸收分光光度法
汞	测汞仪	冷原子吸收法
砷	分光光度计	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
	分光光度计	硼氢化钾-硝酸银分光光度法
铜	原子吸收光谱仪	火焰原子吸收分光光度法
铅	原子吸收光谱仪	石墨炉原子吸收分光光度法
	原子吸收光谱仪	KI-MIBK 萃取原子吸收分光光度法
铬	原子吸收光谱仪	火焰原子吸收分光光度法
锌	原子吸收光谱仪	火焰原子吸收分光光度法
镍	原子吸收光谱仪	火焰原子吸收分光光度法
六六六和滴滴涕	气相色谱仪	电子捕获气相色谱法
六种多环芳烃	液相色谱仪	高效液相色谱法
稀土总量	分光光度计	对马尿酸偶氮氯磷分光光度法
pH	pH 计	森林土壤 pH 测定
阳离子交换量	滴定仪	乙酸铵法

表 10-2 土壤监测项目与分析方法

监测项目	推荐方法	等效方法
砷	COL	HG-AAS、HG-AFS、XRF
镉	GF-AAS	POL、ICP-MS
钴	AAS	GF-AAS、ICP-AES、ICP-MS
铬	AAS	GF-AAS、ICP-AES、XRF、ICP-MS
铜	AAS	GF-AAS、ICP-AES、XRF、ICP-MS
氟	ISE	
汞	HG-AAS	HG-AFS
锰	AAS	ICP-AES、INAA、ICP-MS
镍	AAS	GF-AAS、XRF、ICP-AES、ICP-MS
铅	GF-AAS	ICP-MS、XRF
硒	HG-AAS	HG-AFS、DAN 荧光、GC
钒	COL	ICP-AES、XRF、INAA、ICP-MS
锌	AAS	ICP-AES、XRF、INAA、ICP-MS
硫	COL	ICP-AES、ICP-MS
pH	ISE	
有机质	VOL	
PCBs、PAHs	LC、GC	
阳离子交换量	VOL	
VOC	GC、GC-MS	
SVOC	GC、GC-MS	
除草剂和杀虫剂	GC、GC-MS、LC	
POPs	GC、GC-MS、LC、LC-MS	

6.9 附录 B 涉及的仪器设备

标准条款：

下述仪器，包括土壤干燥设备、粗粉碎仪器、细磨仪器等，可根据样品量的大小、研磨的细度和操作的方便性进行选择。

6.9.1 土壤干燥设备

土壤干燥设备主要通过控制环境变量如通风量、温度、气压的方式加速土壤样品中水份的分离，达到提高土壤样品的制备效率的目的。干燥设备需要控制干燥环境的最高温度不超过 40℃ 以确保土壤中易挥发物质的

稳定。

理想的干燥设备应具备去除土壤杂质的功能，对于未配备此功能的干燥设备则需要在干燥过程中人工去除其中大块的杂质。

a) 微波真空干燥机

利用微波真空干燥原理实现对样品进行快速、控温干燥的设备，可减少人工参与，提高土壤样品的制样效率。适合样品制备时的快速干燥。

真空微波干燥机应具有多层料架，可以根据样品的来源、采集批次等，对不同的样品独立放置，按照队列对样品自动控温干燥。能够按需进行粗破碎，能够自动分拣石块、根系并称重，能够根据重量变化计量计算样品含水量，能够利用真空气流对设备进行自动吹扫。

设备将真空气压控制在 $\leq -0.093\text{MPa}$ ，并通过 2450Mhz 微波加热和红外实时测温监控，将土壤样品精准控制温度不超过 40°C ，使土壤样品中水分子快速达到沸点蒸发以实现低温干燥。

其中微波加热模块应符合《电热装置的安全 第6部分：工业微波加热设备的安全规范》（GB 5959.6-2008）的相关要求。

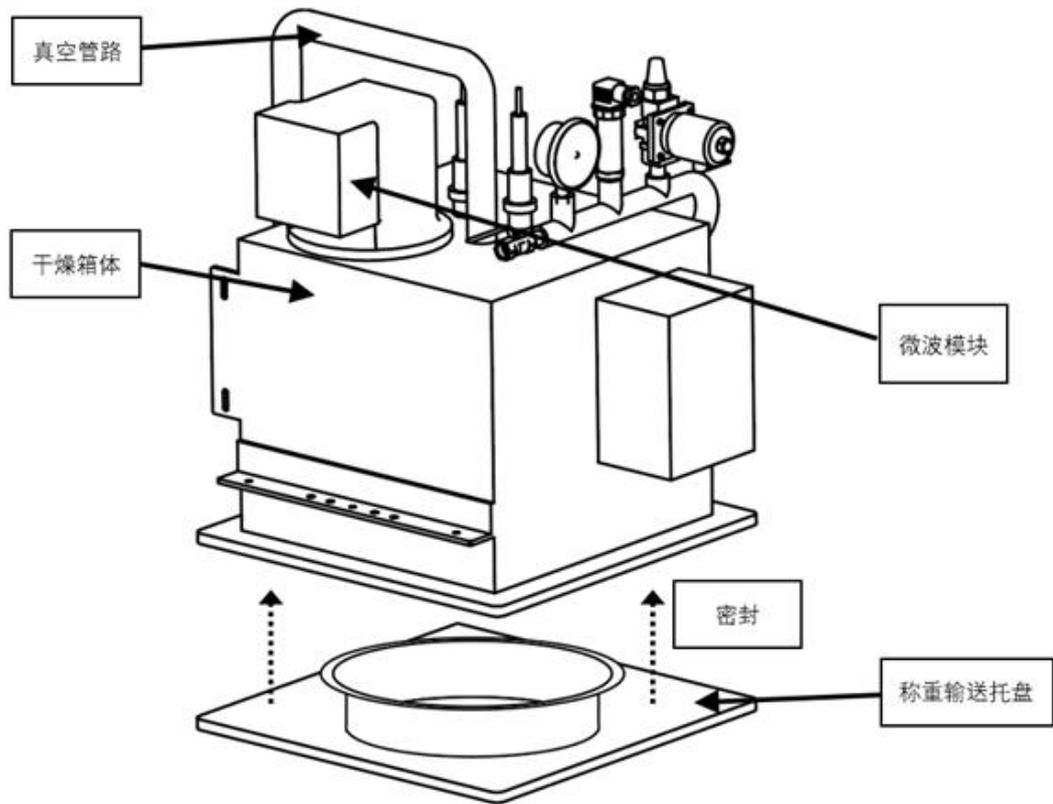


图 3 微波真空干燥箱示意图

b) 土壤干燥箱

土壤干燥箱通过提高干燥环境温度和通风量来模拟理想的土壤风干环境，实现土壤样品的加速风干，以提高样品的制备效率。

土壤干燥箱应具有独立的样品室与独立风道避免样品之间发生交叉污染的情况。加热型干燥箱需要注意控温，样品局部温度不得高于 40°C 。

c) 真空冻干机

真空冻干机利用真空环境下水的沸点降低这一特性，将土壤样品在 -30 到 -40 摄氏度的低温环境中冷冻。然后利用低温热源加热使水分蒸发从而实现土壤样品的快速干燥。真空冻干机需要控制热源温度，最高局部温度不得超过 40°C 。

d) 风干

在风干室将土样放置于风干盘（材质根据需求选择附录 A 所述）中，摊成 2~3 cm 的薄层，适时地压碎、翻动，拣出碎石、砂砾、植物残体。

说明：基于《土壤干物质和水分的测定 重量法》（HJ613-2011）中样品制备环境温度不超过 40℃ 以确保土壤中易挥发物质稳定的基本要求，为提升制样效率可采用设备对土样进行干燥替代自然风干（雨季土样干燥时间较长）。微波真空干燥设备利用了微波的穿透性、亲水性以及在高真空度下水分子的气化温度降低，使土样水份从内到外同时随微波振荡溢出。微波模块随红外测温进行实时 PID 整定，将土样温度控制在 40℃ 内，通过重量反馈控制确定干燥进程（单位时间内称重 N 次，误差小于 5%）。土壤干燥箱通过模拟 40℃ 内自然风对土样进行风干。

6.9.2 粗粉碎仪器

标准条款：

粗粉碎仪器用于 >2mm 的土块样品的粉碎，根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407 号）要求的粗磨方式，可选用挤压原理的破碎仪器，如挤压式破碎仪、颚式破碎仪、盘式破碎仪。粗粉碎仪器应避免长时间研磨粉碎样品，以避免高温对样品的影响。

粗粉碎仪器应方便拆卸进行清洁以防止交叉污染。

a) 挤压式破碎仪

挤压式破碎仪适合大多土壤样品的破碎，它通过驱动研磨腔两侧对置的两块挤压板快速压缩研磨腔体积，对仓内的土壤样品进行敲击和挤压动作实现样品粉碎，粉碎后的样品通过研磨腔底部特定孔径大小的筛板进行

粒径确定并被收集，同时将石块、植物根茎等杂物进行去除。

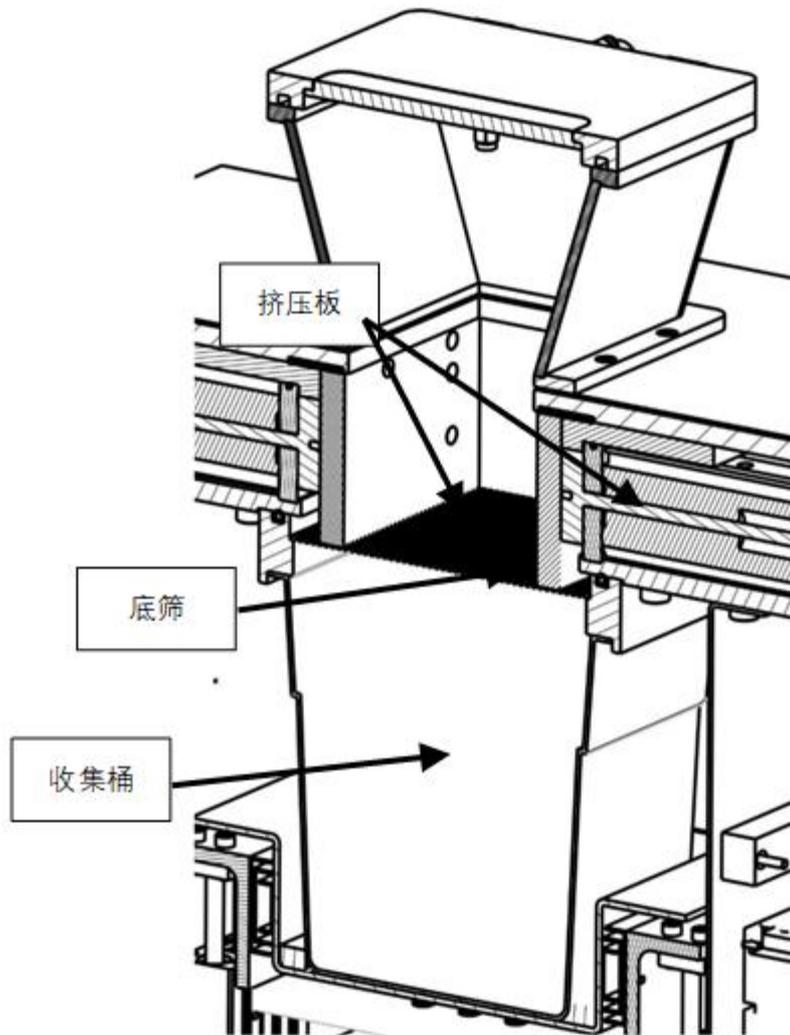


图4 挤压式破碎仪示意图

b) 颚式破碎仪

颚式破碎仪适合较硬土块的粉碎，主要由静颚板和动颚板组成，两块颚板组成的V字型夹角，样品通过时较大块的样品首先被压碎，然后落入更小的空间内被挤压碎，在破碎的同时实现一定程度的逐级研磨。

颚式破碎仪需要能够调节颚板间隙，能够零点校正，以实现比较稳定的研磨效果。

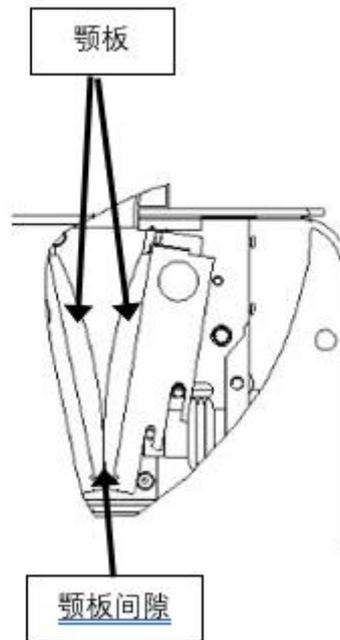


图5 颚式破碎机示意图

说明：在《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）中用木锤敲打或用木（有机玻璃）棒压碎，工作效率低，劳动强度大，会对制样环境产生粉尘污染，影响操作人员健康。粗破碎仪器采用挤压式工作原理，可对土样进行快速粉碎。

6.9.3 细磨仪器

标准条款：

细粉碎仪器用于 $<2\text{mm}$ 的土块样品的进一步研磨粉碎，可选用的研磨仪包括行星式球磨仪、臼式研磨仪、高通振动球磨仪和盘式研磨仪等。

a) 行星式研磨仪

属于球磨的一种，具有太阳轮和行星轮，通过大量研磨球的碰撞可以实现样品的极细研磨。通常其研磨罐容积可达 500ml ，因此适合较大样品量时可选用。

研磨平台罐体数量通常为 $1/2/4$ 罐可选，罐体底部设计有定位装置避

免研磨罐自转损失能量，造成研磨时间延长导致升温。

传动方式建议选择皮带传动方式的仪器，可减少运行噪音。

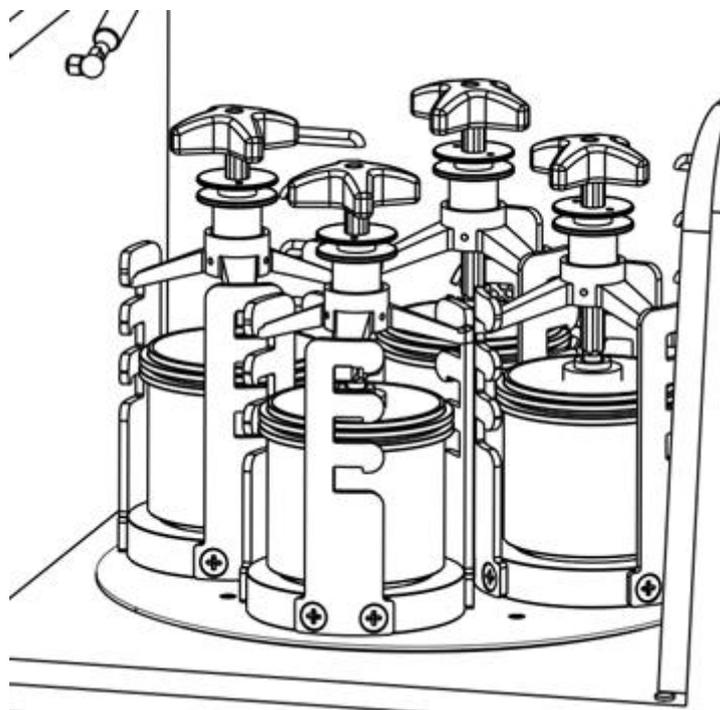


图6 行星式球磨仪，四罐型示意

b) 臼式研磨仪

适合较小样品量研磨方式模拟传统手工研磨，研磨方式应采用臼杵挤压研钵的方式，这种方式更温和可以减少样品升温。

臼式研磨仪应可调节研磨杵压力，以适应不同土壤样品，研钵中应设有刮料板减少样品粘连结块的发生使研磨更均匀。

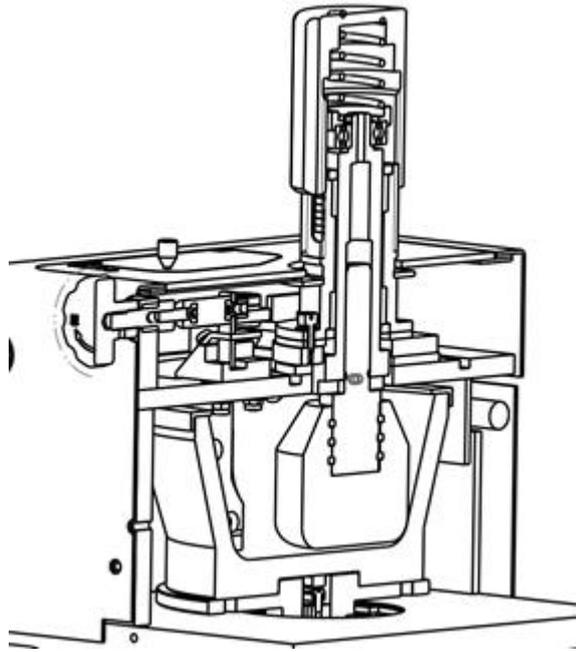


图 7 白式研磨仪示意

c) 高通振动球磨仪

高通振动球磨仪拥有多个由研磨罐和研磨球组成的研磨通道，通过研磨平台水平径向运动使研磨球撞击样品实现土壤样品的研磨粉碎，适合样品量小，需求份数多时选用。

高通振动球磨仪拥有两个水平振动研磨平台，并能够通过适配器扩展研磨平台单次安装的样品量，以便提高少量样品的多批量研磨效率。

适配器应能够使用离心管作为研磨容器，以便“一样一管”杜绝样品之间发生交叉污染。

振动频率需要达到 25Hz 以上，以实现较高的研磨效率。

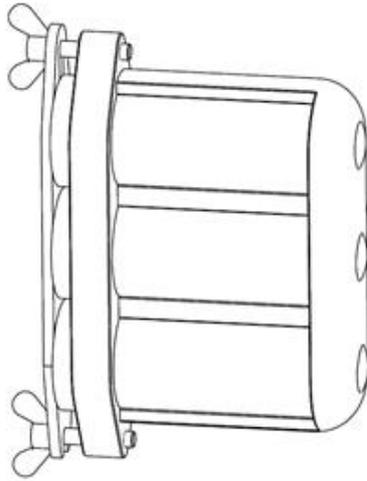


图 8 100ml 离心管适配器，示意图

d) 盘式研磨仪

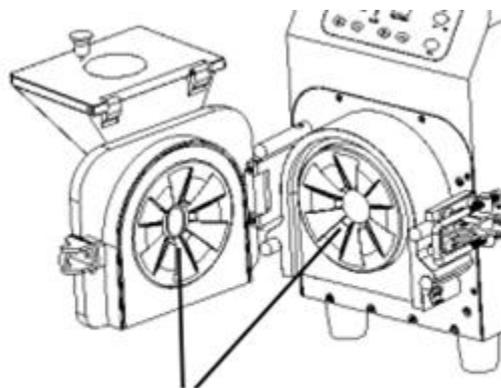
盘式破碎仪采用挤压原理研磨土壤样品，适合连续破碎土壤样品。由动、静两块研磨圆盘组成研磨空间，通过两块圆盘之间不同的厚度差形成由大到小的研磨空间，在离心力的作用下使样品分散并受到两块圆盘挤压实现样品的破碎。

盘式研磨仪需要能够连续调节研磨间隙。

研磨最小间隙需要 $\leq 75 \mu\text{m}$ 以保障研磨后样品达到 200 目的要求。

应具有零点矫正功能以确保研磨效果的稳定。

能够实现连续进样和连续收集实现连续制样能力。



动、静研磨圆盘

图9 盘式研磨仪示意

说明：在《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）中细磨样品将未过筛的土壤样品转移至玛瑙（瓷）研钵或玛瑙（碳化钨、氧化锆）球磨机中进行研磨，直到全部过筛，行星式球磨机、臼式研磨机、高通量振动球磨机符合对应标准，但在研磨样品时只能根据经验靠时间控制研磨粒度，误差较大。盘式研磨仪具有可调节的盘磨间隙，对于制备不同粒径的样品时具有很大的优势，能够实现连续进样和连续收集实现连续制样能力，适用于粗粉碎和细磨。

6.9.4 筛分仪

标准条款：

筛分仪通过使样品一次性通过不同孔径大小（目数）的筛网，使直径不同的样品残留在不同孔径（目数）的筛网上，从而实现样品的粒径确定。根据样品移动方式的不同，可以将常见的筛分仪分为三维振荡筛分原理的三维振荡筛分仪，与空气筛分原理的空气筛分仪。

a) 三维振荡筛分仪

三维振荡筛分仪不同于传统电机驱动振动筛，是通过电磁吸合振动原理使样品下落过筛，筛分效率和过筛率更高。

三维振动筛分仪的振幅一般为0.2-3mm，可适配分析筛直径100mm、200mm、300mm，可配备中间收集盘同时筛分5种粒度样品，可适应粗粉碎和细磨时不同土壤样品、不同样品量的筛分需求。

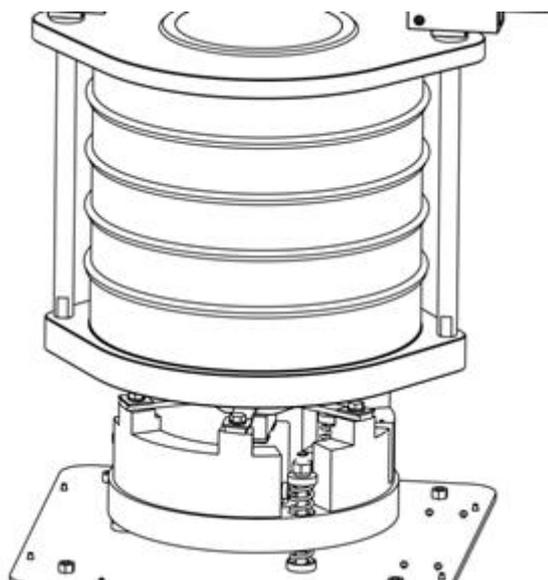


图 10 三维振荡筛分仪示意

b) 空气筛分仪

空气筛分仪通过正压将样品粉末吹起，使样品均匀落入筛网内，然后通过筛网底部产生负压，通过吸力拉动样品通过筛网。

空气筛分仪单次筛分样品量更高，在小粒径筛分时更具优势，尤其是接近纳米级别时其样品通过率要优于三维振荡筛分仪。但需要注意在负压拉力下，样品存在强行拉过筛网的情况。在土壤样品筛分时确保样品不会接触金属的前提下可以使用。

说明：在《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）中筛分为手动筛分，筛分效率低，易产生粉尘污染，劳动强度较大。筛分仪可设置不同筛分强度，可同时筛分多种粒度，效率高，筛分过程整机密闭，无粉尘污染。

6.9.5 混样仪

标准条款：

混样仪能够减少因人工因经验、手法、判断、习惯等人为因素造成样

品混样误差，混样过程在密闭的混样桶（空间）内进行，可以避免极细样品的飞散，保障样品代表性和环境清洁。

混样仪混样原理汇集了《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）中所要求的提拉法、翻拌法原理。如采用翻拌原理的三维混样仪，其三维立体运动方式旋转的混样桶可以更充分快速的将样品混匀。或采用提拉法原理通过旋叶旋转提拉搅拌样品的实时混样仪。

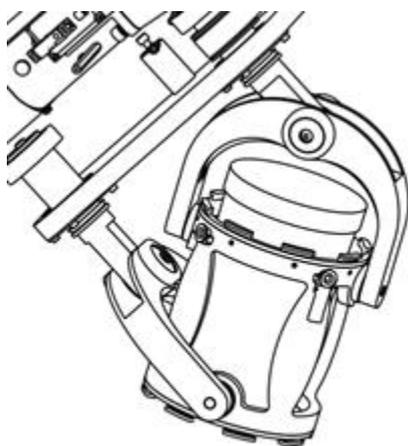


图 11 三维混样仪示意

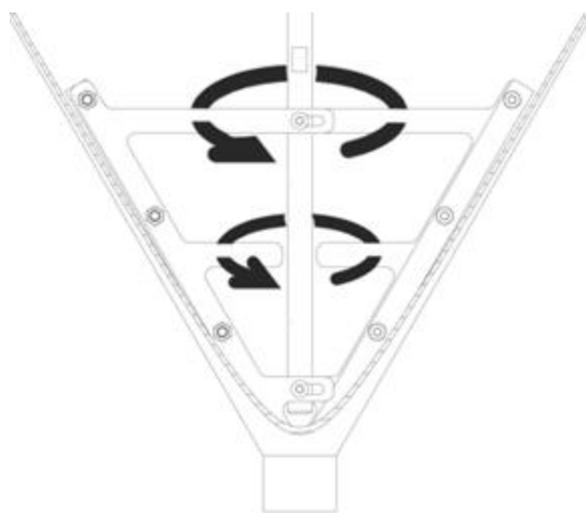


图 12 实时混样仪示意

说明：三维混样仪的主体部分是一个空间六连杆机构。主动轴和从动

轴相互平行，混样桶轴线与转动轴线互相正交，当主动轴以等速回转时，从动轴以变速向相反方向旋转。从而使混样桶同时具有平移、自旋和翻转运动，筒体内的物料受到连续的交替脉冲下沿筒体做环向、径向和轴向的流转，从而达到混合效果。实时混样仪采用桨叶搅拌式原理混样，使样品在容器内做圆周流动和轴向的翻动，从而达到混合效果。

6.9.6 分样仪、缩分仪

标准条款：

分样类仪器通常分为分样仪与缩分仪两种类型，分样仪的每份样品比例相等，是总样品的若干等分；缩分仪的每份样品是总样品量按照一定比例减小后的等比均分，缩分后的样品总和小于初始样品量，可以在保持样品均匀的前提下减少获取的每份样品量。

a) 分样仪

分样仪（旋转分样仪）通过匀速旋转均匀分布在分样顶冠的收集瓶，保证从顶部匀速落入的样品能够均匀的进入不同的分样瓶中实现样品的均分。降低如经验、手法、判断、习惯等人为因素造成样品分样不均的问题，使每一份样品都具有足够代表性。

分样仪应配有自动匀速进样器投入样品以保障样品投入量的稳定和样品的代表性。

分样仪的收集口应兼容安装样品瓶或样品袋，以适应不同样品储存的需求。

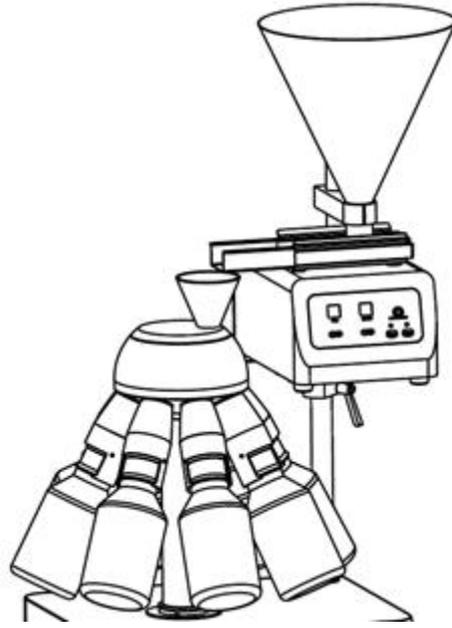


图 13 旋转分样仪示意

b) 缩分仪

缩分仪根据具分样导流管运动方式不同可以分为旋转缩分仪或者摆动缩分仪，通过匀速旋转或摆动等运动方式，使均匀分布的收集瓶以均等的机会收集到样品，但是和分样仪不同，缩分仪能够自由控制收集瓶入口大小的比例，从而实现样品的等比例缩分。

缩分仪应具有可调缩分比例的功能和灵活的份数选择，以适应不同实验目标的需求。

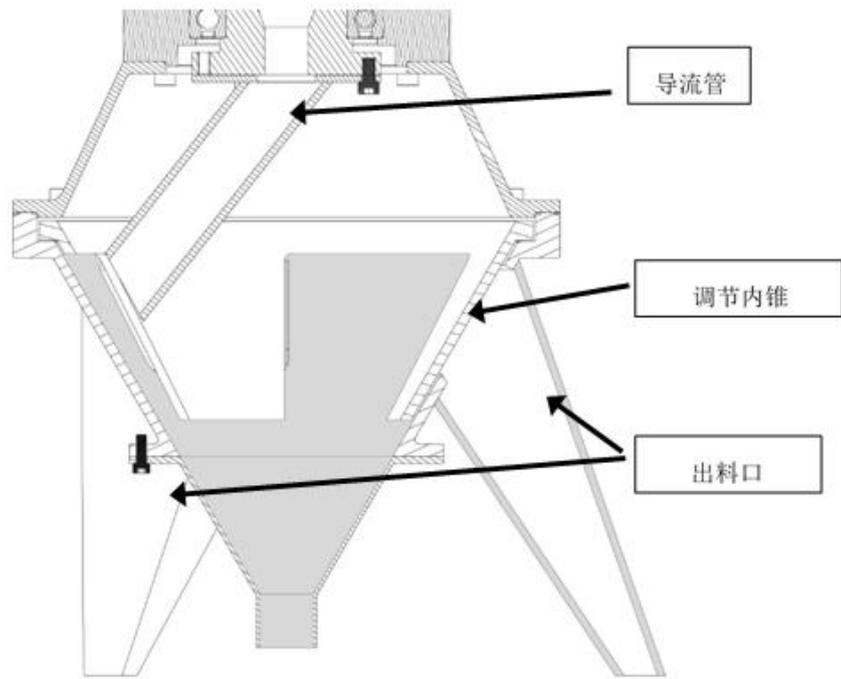


图 14 缩分仪示意

说明：缩分仪通过旋转导流管使样品沿圆锥面均匀洒落，通过调节内外锥之间的开口大小，获得不同的分样比例，从而获得具有代表性的样品，实现样品的缩分，满足不同试验的需求。

6.9.7 自动化设备

标准条款：

自动化土壤样品制备系统，包含了土壤样品的干燥、杂质去除、粗粉碎、细磨、筛分、混样、缩分、称重、封装、样品标注、自动清洁、防止污染等全制备流程和制备方法。可以实现样品制备的“无人值守”，极大的提高了土壤样品制备的效率，减少了实验仪器和人工的投入。

自动化土壤样品制备设备应具备防止交叉污染、防止重金属污染、防止杂质污染、防止清洁工具二次污染的能力，并且分装出的样品要具有代表性。

应能够自动记录样品制备相关信息，包括但不限于：样品名称编号信息、样品重量记录、样品制备时间记录、样品制备方式记录等。能够计算样品制备的相关数据，例如样品的水分含量、样品的杂质重量等。能够统计样品的相关信息记录并导出。

自动化设备采用的制备方法和原理，如干燥、研磨、混样、缩分等应贴近上述单一仪器所述要求和方式。

自动化设备在不同的制样步骤、功能模块之间应采用防外溢连接方式，减少交叉污染和外源性污染。

自动化设备应能够实现更灵活的样品制备需求，如自由指定所需样品的粒度；所需样品的分样、缩分的份数；所需样品每份的重量等。

自动化土壤样品制备设备应能够自动监控样品制备时所需要关注的参数，例如干燥的温度、研磨过程的温度、样品当前所处制备环节等。

说明：根据《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字〔2018〕407号）对于土壤环境监测的要求，结合新时代土壤样品制备的需求，基于土壤样品制备的技术要求和操作规范，选取了成熟可靠的技术、工艺和设备来确保土样安全、稳定、高效率运行以及降低对制样环境的污染和操作人员的人身损害。土壤样品制备自动化设备按照工艺流程图，软硬件结合实现了土壤样品的自动化制备。