

土壤质量分析方法国家标准研制的准备工作体会

蒋倩, 唐昊冶, 王彦, 陈美军, 孙晓丽, 曹蓉, 黄蓉, 王雪娇

(中国科学院南京土壤研究所, 江苏 南京 211135)

摘要: 土壤质量分析方法的标准化和规范化是土壤普查和调查质量控制的关键保障, 是构建完善标准化体系的工作内容。以《土壤可交换酸度的测定》与《土壤交换性盐基及盐基总量的测定》两项国家标准方法研制为案例, 简述主要准备工作要点。首先, 调研标准方法的必要性, 关注在相关领域的应用意义。其次, 总览现有国内国外标准概况, 通过方法实验去掌握差异性的根源, 从而确立标准的科学性、适用性、先进性、合理性等优势特性。再次, 熟知标准制定流程, 通过研讨会、征求意见等环节, 汇集起草单位、行业专家的技术经验与智慧。立足技术积累, 对标准方法的前处理、检测设备等方面进行科学的优化、完善与提升, 进而保质高效完成国标方法的制定工作。

关键词: 土壤质量; 标准; 研制; 准备工作; 体会

1 前言

《国家标准化发展纲要》指出标准化在推进国家治理体系和治理能力现代化中发挥着基础性、引领性作用, 土壤质量标准化是开展土壤资源调查、土壤污染防治、土壤生态保护等工作的基础。定量评估土壤变化, 支持土壤资源高效管理和可持续利用, 在现代农业发展和生态环境建设保护中发挥着不可替代的作用^[1]。在我国土壤质量标准修订中, 出现行业标准发展速度快于国家标准, 相同指标在不同行业标准中多有重复和交叉, 且其方法间存在较大的差异性^[2]。并且, 在《第三次全国土壤普查技术规程》中, 土壤理化性状检测指标的方法最早可追溯至 1997 年的国家标准, 多数为行业标准且其中最新发布的在 2018 年, 尚未满足《中华人民共和国标准化法》中 5 年修订一次的规定, 还有些参考的仍是《土壤分析技术规范》等书籍^[3]。为了助力应对土壤质量标准化方法的这些现状, 本单位申报关于《土壤可交换酸度的测定》、《土壤交换性盐基及总量的测定》等多项国家标准方法制定项目。在研制过程中, 将汇集行业专家的技术经验, 优化实验操作, 及现代检测技术融入土壤质量评价体系, 并作为土壤质量领域的规范性文件, 有效推动标准化的不断发展。

2 土壤质量国家标准化方法研制的准备工作

2.1 调研标准方法的必要性

调研拟申报制定相关国标方法的必要性是国家标准研制的重要工作内容。以《土壤可交换酸度的测定》与《土壤交换性盐基及盐基总量的测定》国标方法为例，在《全国第三次土壤普查技术规程》中明确要求对 pH 小于 6.0 耕地、园地和林地草地，以及盐碱荒地等土壤样品中可交换酸度进行测定^[3]。监测土壤可交换酸度值并与作物产量联系起来可获得酸害阈值信息，也可作为改良酸性土壤时石灰施用量的重要依据^[4]。同样，土壤交换性盐基及盐基总量也是全国第三次土壤普查要求检测的指标^[3]，是衡量土壤质量及判断土壤肥力水平的重要指标，当土壤表面吸附的盐基离子逐步被致酸离子（ H^+ 和 Al^{3+} ）所取代从而造成盐基饱和度降低，会造成土壤中有效养分含量降低，土壤交换性酸（存在）与土壤交换性盐基（贫乏）有着紧密的相关关系。因此，在这两个国标项目中，可交换酸度与交换性盐基是土壤质量分析不可或缺的指标，对其准确可靠检测具有重要意义。

2.2 总览相关标准方法的概况

调研相关方法的国家标准 GB、农业标准 NY、环境标准 HJ、林业标准 LY、地方标准 DB，以及国际标准 ISO 等现状，全面系统把握这些标准间的差异性。

关于《土壤可交换酸度的测定》国内标准有 HJ 631-2011、HJ 649-2013、LY/T1240-1999^[5-7]。这些标准中，存在交换试剂、提取方式，以及滴定操作等异同。如，HJ 631-2011 与国际标准 ISO14254:2018^[8]都采用氯化钡-振荡提取法。HJ 649-2013 中 NaF 溶液的 pH、浓度及其用量均与 ISO14254: 2018 相同。在 HJ 649-2013 和 LY/T 1240-1999 中，虽然均采用氯化钾提取-滴定法，但是它们之间在操作内容表述及实验条件上存在较大差异。如，KCl 溶液的配制；滴定温度；滴定终点的判断方式；NaF 溶液的 pH 与用量，等等。

关于《土壤交换性盐基及盐基总量的测定》标准方法，国内外标准有 NY/T 295-1995、NY/T 1615-2008、LY/T 1244-1999、ISO 13536:1995、ISO 11260:2018、ISO 23470:2018^[9-14]，在前处理方式、交换试剂，以及检测的仪器设备等内容均存在差异。如，NY/T 295-1995 与 LY/T 1244-1999 采用搅拌提取法，而 ISO 23470:2018 则选用了振荡法。在 NY/T 295-1995 和 LY/T 1244-1999 标准中，都采用乙酸铵交换溶液，国际标准则分别采用氯化钡- $(HOCH_2CH_2)_3N$ （ISO 13536:1995）、氯化钡（ISO 11260:2018）、六胺钴(III)氯化物（ISO 23470:2018）。对于交换性钙、镁、钠、钾的检测仪器设备也不尽相同。如，ISO 11260:2018

中采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钙、镁、钠、钾，ISO 13536:1995 则分别采用原子吸收（钙、镁）与火焰光度计（钠、钾）测定法。

2.3 确立申报国家标准化方法的优势特性

掌握《土壤可交换酸度的测定》和《土壤交换性盐基及盐基总量的测定》现有标准的状态后，应通过方法实验对前处理、滴定过程，以及检测设备等一系列关键技术进行方法确认（验证），确保标准化方法具备科学性、适用性、先进性、合理性等优势特性。为了实现这些优势目标，我们对以上两项国家标准方法开展了如下工作。首先，优化实验操作步骤与细节描述，增强标准化方法的科学性和适用性。如，增加土壤可交换酸度淋洗实验中“漏斗和滤纸大小”和“滤纸的淋洗速度”的规范参数代替“少量多次”等操作描述；对土壤交换性盐基总量的滴定终点颜色难辨认的情况，增加可借助 pH 值判断等措施。其次，保持检测的仪器设备与时俱进，确保标准化方法的先进性和合理性。如，两项标准中的滴定器皿兼容滴定仪（器）与传统的滴定管；在交换性盐基交换处理时，也可采用机械搅拌等仪器设备。此外，还应兼顾标准化方法的一致性与延续性，从时间尺度与全国范围角度确保土壤质量数据的可比性。如，通常情况下，全国第三次土壤普查的方法会优先延续选用二普的方法，土壤可交换酸度选用氯化钾淋洗法，土壤交换性盐基选用乙酸铵交换法。另外，持续提升方法的安全性与环保性，避免实验操作与试剂选用等对操作人员与环境的风险。如，增加土壤可交换酸度加热滴定的高温防护注意事项；其淋洗试剂尽可能选用无毒的氯化钾。

3 熟知土壤质量国家标准化方法制定的各阶段任务

项目起草单位严格遵守中共中央、国务院印发的《国家标准化发展纲要》、《国家标准管理办法》（2022）及相关法律法规，熟悉立项阶段、起草阶段、征求意见阶段、审查阶段等各阶段的工作内容及注意事项，并参照标准制定计划与流程开展工作。①立项阶段，申报单位根据全国土壤质量标准化技术委员会的征集函中原则和范围，提交标准草案（按 GB/T1.1- 2020 的规则撰写）^[15]、《推荐性国家标准项目建议书》、《推荐性国家标准项目申报书》。通过立项答辩后，将收到下达立项通知和委托书。②起草阶段，牵头单位组织起草工作组对讨论稿进行讨论，汇集专家的丰富技术经验与智慧，反复推敲标准的逻辑性、要素、构成，以及技术要点等内容。并且，组织多家验证实验室开展方法验证实验，按照标准方法对数据进行正确度和精密度的统计分析，同时编制标准说明。③征求意见阶段，由全国土壤质量标准化技术委员会秘书处和起草单位组织征求意见，并在相关工作平台公开向

社会征求意见,起草单位需对意见及时回复和反馈修改内容,并说明原因。同时编写该阶段的编制说明。④审查阶段,由全国土壤质量标准化技术委员会组织召开标准的审查工作。标准的发布、备案、出版编辑等后续工作由相关部门主导,起草单位积极配合完成。

4 结语

土壤质量分析国家标准方法是土壤质量质量控制的关键保障,是对现有标准方法进行科学的优化、完善与提升,其优势特性源于行业专家的技术经验与积累。做好国家标准研制的准备事项为开展全国土壤质量国家标准制修订夯实了工作基础,从而确保了国家标准化方法保质高效的完成,也是有效提升土壤质量标准化水平的重要措施。

参考文献:

- [1] 陈美军,段增强,林先贵.中国土壤质量标准研究现状及展望[J].土壤学报,2011,48(05):1059-1071.
- [2] 黄蓉.耕地质量标准化建设现状与思考[J].中华环境,2020,(06):31-33.
- [3] 张桃林,张兴旺,张佳宝,等.全国第三次土壤普查技术规程.国务院第三次全国土壤普查领导小组办公室,202302.
- [4] 鲁如坤.土壤农业化学分析方法[M].北京:中国农业科技出版社,2000,16-18.
- [5] 环境保护部科技标准司.土壤可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法: HJ 649-2013[S].北京:中国环境科学出版社,2013.
- [6] 环境保护部科技标准司.土壤可交换酸度的测定 氯化钡提取-滴定法: HJ 631-2011[S].北京:中国环境科学出版社,2011.
- [7] 国家林业局.森林土壤交换性酸的测定: LY/T1240-1999[S].北京:中国标准出版社,1999.
- [8] ISO. Soil quality-Determination of exchangeable acidity using barium chloride solution as extractant: ISO14254:2018[S]. International Standardization Organization: Geneva, Switzerland, 2018.
- [9] 中华人民共和国农业部.中性土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定: NY/T 295-1995[S].北京:中国标准出版社,1996:5.

- [10] 中华人民共和国农业部, 石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定: NY/T 1615-2008[S]. 北京:中国标准出版社, 2008.
- [11] 国家林业局. 森林土壤交换性盐基总量的测定: LY/T 1244-1999[S]. 北京:中国标准出版社, 1999.
- [12] ISO. Soil quality-Determination of the potential cation exchange capacity and exchangeable cations using barium chloride solution buffered at pH = 8.1: ISO13536:1995[S]. International Standardization Organization: Geneva, Switzerland, 1995.
- [13] ISO. Soil quality-Determination of effective cation exchange capacity and base saturation level using barium chloride solution: ISO11260:2018[S]. International Standardization Organization: Geneva, Switzerland, 2018.
- [14] ISO. Soil quality-Determination of effective cation exchange capacity (CEC) and exchangeable cations using a hexamminecobalt(III) chloride solution: ISO23470:2018[S]. International Standardization Organization: Geneva, Switzerland, 2018.
- [15] 全国标准化原理与方法标准化技术委员会. 标准化工作导则—第1部分: 标准化文件的结构和起草规则 (GB/T 1.1-2020) [S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.