

“沪苏浙皖”地方技术规范

《微波消解仪校准规范》编制说明

一、项目背景

微波消解技术是利用微波加热封闭容器中的消解液和试样，从而在高温增压条件下使其快速溶解的湿法消化。在微波消解过程中，微波加热试剂的同时，增压迫使酸试剂和样品充分接触并最终迅速溶解样品。微波消解仪（MDI 仪）是利用频率在 $2450 \pm 50\text{MHz}$ 频段电磁能量来加热腔体中材料达到消解目的的仪器。微波消解仪由于其本身相对于传统消解方法的优势，应用领域十分广泛，实验室各类样品（如食品、药品、烟草、造纸、刑侦、石化、环境、进出口检疫等）中主量及无机微量元素和有机污染物的检测均采用微波消解法进行样品的前处理；国外设备厂家主要是 CEM,莱伯泰科和安东帕三个品牌，在市场占有率高；国内设备厂家有奥普乐、上海屹尧、上海新仪上海新拓等几个厂家，近几年应用越来越多，逐渐在赶超进口产品的市场份额。

目前微波消解仪尚无进行量值溯源可依据的国家计量检定规程和校准规范，也无一个全面、具体的参考依据。而随着我省经济建设的发展，微波消解仪得到广泛的应用。在实践的工作当中，其温度控制是否准确、一致直接关系到实验准确性及人员安全，准确测量微波消解仪的温度偏差、均匀性、波动性，能够更加科学全面的评价被校仪器的性能。还有压力参数部分的校准，在现有的省地方校准规范中没有涉及到。为完整的对微波消解仪的温度和压力等计量参数进行校准，确保在长三角地区的微波消解仪有统一的校准依据，因而制定长三角地区《微波消解仪校准规范》迫在眉睫。

二、工作简况

（一）任务来源

经安徽省市场监督管理局推荐，经上海市、江苏省和浙江省市场监督管理局研究同意，由安徽省宣城市标准计量所起草、制定“沪苏浙皖”计量技术规范《微波消解仪校准规范》。任务内容见华东国家计量测试中心《关于印发2021年度“沪苏浙皖”计量技术规范立项计划的通知》（华东【2021】7号）文件。

（二）起草单位

主要起草单位宣城市标准计量所，参与起草单位北京林电伟业电子技术有限公司和山东中华华溯仪器仪表有限公司。

（三）主要工作过程

2021年10月，宣城市标准计量所牵头北京林电伟业电子技术有限公司和山东中华华溯仪器仪表有限公司组成的规范编制组，并确定主要编写人员。10月初，规范起草组召开第一次工作会议，初步明确了由殷春前、郭钧、李征为主要起草人，并确定标准起草的时间及工作计划。

表1 时间进度

时间	研究内容
2021.10~2022.11	成立规范编审组、确定主要编写人员，并进行相关信息调研及拟定操作规范编制的总体思路
2022.12~2022.02	规范编审组对现有的微波消解仪的种类，温度测量范围和压力参数等进行分析了解，采购适合校准的温度校准标准器。并通过与相关生产企业沟通和了解，压力的测量原理，确定压力参数校准的方法深入梳理、提炼、总结的基础上，通过文

	献搜索、数据分析形式进行了广泛的调研，并汇总资料，编写规范初稿。
2022.03~2022.06	更加相应的国家标准的要求，并结合现行生产该仪器厂家的实际情况，分别对不同的微波消解仪进行了温度、压力等相关计量参数的试验。
2022.06~2022.08	召开编制组会议，邀请安徽省内的专家对初稿进行评审、修改，并向安徽省市场监督管理局提交规范初稿。结合相关生产厂家的意见再次进行修改。
2022.08~2022.09	面向长三角地区上海市、浙江省和江苏省及其它省、市的专家征求意见，并结合实际工作，最后形成规范的送审意见稿。
2022.10~2023.04	起草单位对反馈进行综合分析，形成征求意见汇总表，在讨论和征求意见的基础上，再次实验验证和对征求意见稿进行了修改完善，形成了规范报审稿，按程序报审。
2023.05	华东国家计量测试中心、沪苏浙皖市场监督管理部门组织长三角地区（上海市、浙江省、江苏省和安徽省）的专家召开专家审定会，形成审定意见。起草单位按照审定意见修改，报专家组组长审核同意后，形成微波消解仪校准规范的报批稿

(四) 主要起草人及其所做的工作

规范编制组主要由殷春前、郭钧、李征组成。殷春前、郭钧负责统稿，主持规范正文、附录 B、附录 C、附录 D 和规范说明的起草和编制，李征负责附录 A 的起草和编制和试验，并负责对微波消解仪产品的性能特征的研究,并一起负责修订工作。主要起草人按照规范

编制的每个阶段的计划内容，按时召开编制组会议，总结当月的计划进展程度，遇到的问题，如何解决。再确定下一步的工作内容和研讨的方向。尤其注重对使用该仪器的单位使用情况的反馈意见及相应的生产该产品的公司的计量特征进行归纳总结。对收集到的每一条意见和信息进行反复研讨，确定计量校准方法其可实现、可操作和科学性，不断修改规范内容和符合计量的表述方式，形成校准规范的正式文本。

三、规范编制原则和确定地方技术规范主要内容的依据

（一）编制原则

1、一致性原则

本规范的编制格式依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》，本着科学合理，便于操作的原则，提高规范的兼容性和覆盖面，注重与国家现行的法律法规、标准、技术规范保持一致。

2、适用性原则

在考虑规范一致性原则的基础上，不仅对微波消解仪的主要参数温度进行校准的基础上，增加压力参数的校准，具有一定的超前意识，同时注重规范在实际工作中的适用性，保留优化提升的空间。

3、可操作性原则

为了保证规范的实施，规范编写工作组在规范的编写过程中注重提高规范的实用性和可操作性，除在规范正文中尽量以明确、规范、清晰、简短的语言进行表述外，还给出了示例和相应的表格，以帮助更好地理解和使用规范。同时广泛吸收和听取相关专家、主管部门和使用单位意见，强化规范的可操作性。

4、广泛征求意见原则

本规范在制定过程中首先征求省内相关行业专家意见，召开省内生产厂家、科研院所、计量技术机构专家参加的预审会，进一步修改

本规范，同时在长三角地区再次征求长三角地区相关行业专家意见，召开长三角地区生产厂家、科研院所、计量技术机构专家参加的评审会，广泛征求意见。

(二) 确定地方技术规范主要内容的依据

本规范规定了适用范围、引用文件、术语、计量特性要求、计量校准项目和校准方法等方面的要求。

本规范适用于微波消解仪以及以微波为加热方式的计量器具的校准。

本规范主要参考现行的微波消解装置相关技术标准：GB/T 26814-2011《微波消解装置》、GB/T 5170.1-2016《电工电子产品环境试验设备检验方法第1部分：总则》、JJG 875—2019《数字压力计检定规程》及JJF 1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》，并依据JJF1101-2011《通用计量术语及定义》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》中有关要求完成本规范的制定。

四、主要试验（或验证）的分析报告、相关技术和经济影响论证

微波消解仪校准规范试验报告。

五、重大意见分歧的处理依据和结果

无

六、预期的社会效益及贯彻实施标准的要求、措施等建议

对微波消解仪进行系统的研究，形成科学、规范、可行的校准方法，使得微波消解仪有统一的评价与校准技术，确保其数据的准确可靠。课题完成后使得长三角地区计量系统技术机构可以依据校准规范进行科学规范的计量校准，确保微波消解仪计量性能的准确，保证微波消解仪的量值准确可靠，确保满足化学分析的需求具有重大的社会意义。

七、强制性标准实施的风险评估及对经济社会发展可能产生的影响，
以及设置标准实施过渡期的理由

无

八、其他应当说明的事项

无

以上是制定此规范的编制说明，在审核中请各位专家进行讨论，提出宝贵意见。谢谢！

“沪苏浙皖”地方技术规范
《微波消解仪校准规范》规范编写组
2023年05月15日