

附件 5

《土壤 粒度的测定（征求意见稿）》

编制说明

《土壤 粒度的测定》

标准编制组

二〇一八年九月

项目名称：土壤 粒度的测定

项目统一编号：1025

承担单位：河北省环境监测中心

编制组主要成员：邢志贤、赵 峥、赵 乐、宁国辉、耿 慧、侯冬
利、刘玉柱、谢建治、刘文凯、王丽伟、严永路

标准所技术管理负责人：李 琴

环境监测司项目负责人：李 江

目 录

1	项目背景.....	1
1.1	任务来源.....	1
1.2	工作过程.....	1
2	标准制订的必要性分析.....	3
2.1	土壤粒度的基本概念.....	3
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	3
2.3	土壤粒度现行分析方法.....	4
3	国内外相关分析方法研究.....	4
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	4
3.2	国内相关分析方法研究.....	5
3.3	国内外相关分析方法对比.....	6
4	标准制修订的基本原则和技术路线.....	8
4.1	标准制修订的基本原则.....	8
4.2	标准制修订的技术路线.....	8
5	方法研究报告.....	8
5.1	方法研究的目标.....	8
5.2	方法原理.....	10
5.3	试剂和材料.....	10
5.4	仪器和设备.....	11
5.5	样品.....	13
5.6	分析步骤.....	13
5.7	结果计算与表示.....	16
5.8	质量保证和质量控制.....	19
5.9	注意事项.....	20
6	方法验证.....	20
6.1	方法验证方案.....	20
6.2	方法验证过程.....	21
6.3	方法验证数据的取舍.....	21
6.4	方法验证结论.....	22
7	与开题报告的差异说明.....	23
8	本标准实施的建议.....	23
9	参考文献.....	23
附	方法验证报告.....	25

《土壤 粒度的测定》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

(1) 2006年,原国家环保总局以《关于下达2006年度国家环境保护标准制修订项目计划的通知》(环办函〔2006〕371号文)下达了《土壤 粒度的测定(转化ISO 11277-1998)》标准转化任务,项目统一编号为1025。

(2)《土壤 粒度的测定(转化ISO 11277-1998)》标准转化项目承担单位为河北省环境监测中心(原河北省环境监测中心站)。

1.2 工作过程

1.2.1 前期准备工作

(1) 成立标准编制组

2008年9月,河北省环境监测中心承接《土壤 粒度的测定(转化ISO 11277-1998)》转化任务以后,成立了标准编制组,牵头开展本标准的研究工作,并邀请有相关研究基础的河北农业大学资源与环境科学学院,作为项目合作单位参与该标准的转化。

(2) 查询国内外相关标准和文献

编制组根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》(2006年,第41号公告)的相关规定,通过查阅、整理、研究国内外相关标准和文献,确定了本标准制定的原则和技术路线,以适应我国现有环境监测仪器设备水平及监测技术能力。

(3) 确定标准的主要工作内容,制定工作计划。

1.2.2 标准开题论证会

2010年7月30日,《土壤 粒度的测定(转化ISO 11277-1998)》开题论证会在北京举行。标准编制组提交了开题论证报告及标准文本初稿。论证委员会经质询、讨论,认为本标准技术路线基本可行,原则通过该标准的开题论证,同时提出了以下修改意见和建议:

(1)按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函〔2009〕10号)的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作;

(2)通过补充国内外标准方法调研、完善开题报告中的相关内容和技术路线,注意与国内相关标准的一致性,经本次专家组成员确认后开展实验工作;

(3)选择代表性土壤,通过实验对国内现行方法和本方法进行结果比较;

(4)采用有证标准物质进行多家(6家)实验室验证。

1.2.3 完善标准方法

标准编制组根据开题论证会确定的技术方案和论证意见,开展课题实验研究工作。2009年因标准更新,ISO 11277-1998被ISO 11277-2009代替。编制组成员通过查阅《土壤检测 第3部分:土壤机械组成的测定》(NY/T 1121.3-2006)、《森林土壤颗粒组成(机械组成)的测定》(LY/T

1225-1999)、《土工实验方法标准》(GB/T 50123-1999)等国内现行方法,并结合土壤质地的不同分类制度(国际制、美国制、苏联制),对ISO 11277-2009分析步骤进行优化实验,在此基础上编写了方法标准草案和编制说明。

1.2.4 组织方法验证

标准编制组选择河北省地矿局第六地质大队、河北省地球物理勘查院、河北省地矿局第九地质大队3家实验室进行了样品制备,将统一制备的土样交由国内7家测定土壤粒度经验丰富的单位(分别是中国农业大学土壤与水科学系、河北省地矿局第二地质大队实验室、河北华清环境科技股份有限公司、河北省地矿局第四地质大队实验室、河北省地矿局第十一地质大队实验室、河北省地质实验测试中心、河北省区域地质矿产调查研究所实验室)进行方法验证实验,编写方法验证报告。

1.2.5 标准方法转化咨询会

2018年3月,河北省环境监测中心在石家庄举办了《土壤 粒度的测定(转化ISO 11277-1998)》标准方法转化咨询会,标准编制组提交了开题报告、标准文本和编制说明。专家通过质询、讨论提出如下改进意见:

(1) 标准编制说明格式、内容应按照 HJ 168-2010 要求进行完善、修改;补充说明分散剂适用范围,补充本标准与国内外相关标准的关系。

(2) 增加现有不同粒度分类制中土壤颗粒分级的转换关系。

(3) 标准文本方法原理中补充比重计法方法原理。编制说明中补充国内外相关标准的主要技术内容和研究方法的最新进展。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

标准编制组于2018年3月编制完成并提交标准征求意见稿、编制说明及方法验证报告。

1.2.7 标准征求意见稿技术审查会

2018年4月25日,生态环境部环境监测司在北京组织召开了标准征求意见稿技术审查会。审查委员会听取了标准主编单位所作的标准方法研究报告和验证报告的内容介绍,经质询、讨论,形成以下审查意见:

(1) 标准主编单位提供的材料比较齐全、内容完整;

(2) 标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了比较充分的调研;

审查委员会未通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后,提请公开征求意见:

(1) 标准文本“8.2 样品制备”根据本标准的实际情况重新编写。

(2) 标准文本“9.2 预处理”重新整理。

(3) 标准文本“7 仪器设备”删去常用器皿和设备。

1.2.8 完善标准征求意见稿

会后,标准编制组根据标准征求意见稿技术审查会专家意见和建议进行了以下修改,并申请再次召开技术审查会:

(1) 细化完善样品制备过程，明确制备所用工具及注意事项，详见 5.5.2 及 5.9。

(2) 详细表述测定过程中的干扰及消除，样品预处理按不同干扰因素的去除重新进行整理，详见 5.6.1。

(3) 在仪器和设备中，删去所列常用器皿和设备，并对部分设备的参数进行完善，详见 5.4。

(4) 将比重计法从标准文本的附录调整至正文，并对与吸液管法相同的步骤进行合并表述，同时，修改完善文本中的文字及语句。在编制说明中，补充了 ISO 11277-2009 详细分析步骤，详见 3.1。

1.2.9 标准征求意见稿二次技术审查会

2018 年 7 月 11 日，生态环境部环境监测司在北京再次组织召开了标准征求意见稿技术审查会。审查委员会听取了标准主编单位所作的标准方法研究报告和验证报告的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：

- (1) 标准主编单位提供的材料齐全、内容完整；
- (2) 标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- (3) 标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。

审查委员会通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

- (1) 文本中，调整加热分散土样法和振荡法的前后次序。
- (2) 文本中明确烘干时间。
- (3) 根据验证数据，确定相对偏差限值，明确吸液管法和比重计法质控要求。

(4) 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

1.2.10 完善标准征求意见稿

会后，标准编制组根据标准征求意见稿技术审查会专家意见和建议，对文本及编制说明进行了以下修改：

- (1) 调整了加热分散土样法和振荡法的前后次序，详见 5.6.2。
- (2) 将烘干时间明确为 6h，详见 5.6.2、5.6.4 及 5.6.5。
- (3) 平行样以测定结果的绝对偏差进行评价，并对限值作出了明确规定，详见 5.8。

2 标准制订的必要性分析

2.1 土壤粒度的基本概念

土壤粒度，又称土壤颗粒组成、土壤机械组成，是指土壤中不同粒径矿物质颗粒的组合比例，常以颗粒直径与对应的累积百分含量表示。我国现行相关标准中，常表述为土壤颗粒组成或土壤机械组成，如《土壤检测 第 3 部分：土壤机械组成的测定》（NY/T 1121.3-2006）、《森林土壤颗粒组成（机械组成）的测定》（LY/T 1225-1999）、《土工实验方法标准》（GB/T 50123-1999）。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

土壤粒度的测定用途非常广泛，凡是涉及土壤粒度含量分析的研究项目几乎都可用到。定量

了解土壤质地的粗细、土壤的理化性状,可为农业生产、污染物迁移转化和环境演变、土壤改良、水土保持等领域定量化推论提供基础数据,故在环境、地质、农业资源利用等领域均有广泛应用。

土壤粒级和质地分类上有国际制、卡钦斯基制(苏联制)、美国制以及中国制,不同领域测定土壤粒度采用各自的行业标准,然而,对于该项目的测定方法,环境保护领域目前还没有自己的行业标准,对开展土壤中微团聚体层面的污染物吸附、迁移和转化等研究工作带来一定影响。因此,转化ISO 11277-2009,编制适用于环境领域土壤粒度的测定方法意义重大。

2.3 土壤粒度现行分析方法

土壤粒度常用的测定方法有吸液管法、比重计法(也称密度计法)、激光衍射(Laser diffraction)法等,其中吸液管法及比重计法都是在对土样进行充分分散后,依据斯托克斯(Stokes)定律,根据各粒级颗粒的沉降时间测定其含量,这两者虽然操作繁琐、耗时长,特别是需要测定粒径小于0.001 mm的土粒时,耗时更多,但准确度相对较好;激光衍射法是一种比较新的方法,按光的Fraunhofer衍射和Mie散射理论,采用激光粒度分析仪来测量土壤粒度,此方法快速、简便,但欠准确,尤其是在测定黏粒含量高的样品时偏差较大。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

国际上,土壤粒度常用的测定方法为INTERNATIONAL STANDARD ISO 11277-2009,采用筛分和沉降法,根据斯托克斯(Stokes)定律,粒径 >2 mm的土壤颗粒由干筛分法测定,粒径 <2 mm的颗粒由湿筛分和沉降法测定。主要测定步骤如下:

1) 干筛分

风干土样过2 mm筛,将筛上样品逐级过63 mm、50 mm、37.5 mm、……5 mm,并分别称重,计算各级土壤颗粒所占比例。

2) 湿筛分和沉降

通过2 mm筛的土样经去除有机质、可溶性盐和石膏等前处理后,加入分散剂充分分散,过0.063 mm洗筛。筛上物质烘干后,逐级过0.60 mm、0.212 mm等土壤筛,并分别称重。筛下悬浊液定容至500 ml后,利用吸液管法逐级测定各级颗粒含量。

附录B同时列出了比重计法,用以测定 <0.063 mm的各级颗粒含量,其前处理及悬浊液的制备同吸液管法,只是取样量及最终定容体积均为吸液管法的2倍。

该标准所使用的仪器(如吸液管、搅拌装置等)样式以及土壤颗粒粒径的划分与国内吸液管法有细微差别,质地命名见表1。

表1 ISO 11277-2009 土壤颗粒分级标准

颗粒分级名称	颗粒直径(D) mm
石砾	> 2.000
粗砂	2.000~0.600
中砂	0.600~0.212
细砂	0.212~0.063
粉砂	0.063~0.002
黏粒	<0.002

3.2 国内相关分析方法研究

目前，国内土壤粒度主要采用的测定方法是吸液管法和比重计法，二者都是以斯托克斯（Stokes）定律为基础，前者操作步骤繁琐，后者设备及操作较简单，但准确度较差，两者都耗时较长。主要有农业行业标准、林业行业标准及土工试验标准，这三者的测定方法和质地命名都有一定差别。

农业土壤粒度测定采用《土壤检测 第3部分：土壤机械组成的测定》（NY/T 1121.3-2006），根据斯托克斯（Stokes）定律，用甲种比重计测定悬浊液密度的变化，根据沉降时间和深度计算出土粒粒径大小及其含量百分比，采用国际制（1930）进行土壤颗粒分级（见表2）。

表2 土壤颗粒大小分级（1930年莫斯科第二次国际土壤学会大会采纳）

颗粒分级命名	颗粒直径 (D) mm
黏粒	<0.002
粉(砂)粒	$0.002 \leq D < 0.02$
细沙粒	$0.02 \leq D < 0.2$
粗砂粒	$2.0 \sim 0.2$

该方法仅采用比重计法分析，由于比重计刻度精度普遍偏低，从理论上来说，不如吸液管法准确。

林业土壤粒度测定采用《森林土壤颗粒组成（机械组成）的测定》（LY/T 1225-1999），为全国土壤污染状况详查的指定方法。将通过2 mm筛孔的土样经化学及物理处理成悬浊液定容后，大于0.25 mm的各级颗粒由一定孔径的筛子筛分，小于0.25 mm的粒级颗粒则用吸液管法或密度计法测定。吸液管法是根据斯托克斯（Stokes）定律和土粒在静水中沉降的规律，用吸管从悬浊液中吸取一定量的各级颗粒烘干称其质量，计算各级颗粒含量的百分数，确定土壤的颗粒组成及土壤质地名称；密度计法则是根据斯托克斯（Stokes）定律及土壤密度计浮泡在悬浊液中所处的平均有效深度，静置不同时间后，用土壤密度计直接读出每升悬浊液中所含各级颗粒的质量，以确定土壤的颗粒组成及土壤质地名称。本标准采用美国制（1951）进行土壤颗粒分级（见表3）。

表3 土壤颗粒分级标准（1951年在土壤局制基础上修订）

颗粒直径 (D) mm	颗粒分级命名	颗粒直径 (D) mm	颗粒分级命名
>250	石块	$0.25 \sim 0.1$	细砂
$250.0 \sim 2.0$	石砾	$0.1 \sim 0.05$	极细砂
$2.0 \sim 1.0$	极粗砂	$0.05 \sim 0.02, 0.02 \sim 0.002$	粉(砂)粒
$1.0 \sim 0.5$	粗砂	<0.002	黏粒
$0.5 \sim 0.25$	中砂		

土工土壤粒度测定采用国标方法——《土工实验方法标准》（GB/T 50123-1999），与《森林土壤颗粒组成（机械组成）的测定》（LY/T 1225-1999）操作步骤基本相同，只是所用洗筛孔径不同，为0.075 mm。

林业和土工所用方法都是1999年依据ISO 11277-1998制定的，方法间的对比详见表4。

关于土壤粒度的测定方法与标准，我国学者进行了部分研究，如中科院生态环境中心的叶常明等在测定土壤粒度分布的同时，研究粒度分布对有机污染物在土壤中的吸附及微生物降解过程的影响。中科院南京土壤研究所张庆利、王芝明通过测定土壤颗粒分布估测土壤质地，评价土地质量，采用的是美国科学家T.A.kettler等人建立的土壤颗粒分布测定方法，该方法操作快速、简便，运用过筛和沉降，既可单独作为质地分析方法，又可同时分析颗粒有机物(Mpo)。

3.3 国内外相关分析方法对比

本标准以ISO 11277-2009方法标准为依据,是对该方法的转化运用。本标准与国内外主要测定方法(ISO 11277-2009、NY/T 1121.3-2006、LY/T 1225-1999、GB/T 50123.7-1999等),均依据斯托克斯(Stokes)定律,将过2 mm筛孔的风干土样加入分散剂充分分散后,制成土壤悬浊液,采用吸液管法或比重计法测定不同粒径土壤颗粒的含量,各标准对比情况见表4。本标准在转化过程中,土壤筛及洗筛规格、分散剂及消泡剂种类、干扰去除、粒径划分等依据ISO 11277-2009,沉降筒容积、悬浊液制备方式和比重计种类参考了国内的三个标准。

表4 本标准与国内外相关分析方法对比

方法	本标准	ISO 11277-2009	NY/T 1121.3-2006	LY/T 1225-1999	GB/T 50123.7-1999
适用范围	土壤	矿质土壤	各类土壤	森林土壤	工业和民用建筑、水利、交通等各类工程的地基土及填筑土料
原理	斯托克斯(Stokes)定律	斯托克斯(Stokes)定律	斯托克斯(Stokes)定律	斯托克斯(Stokes)定律	斯托克斯(Stokes)定律
测定方法	吸液管法和比重计法	吸液管法和比重计法	比重计法	吸液管法和比重计法	吸液管法和比重计法
测定样品	过2 mm筛孔的风干土样	过2 mm筛孔的风干土样	过2 mm筛孔的风干土样	过2 mm筛孔的风干土样	过2 mm筛孔的风干土样
沉降筒容积	1000 ml	500 ml; 比重计法为1000 ml	1000 ml	1000 ml	1000 ml
土壤筛	2.0、0.6、0.212 mm, 可调整	2.0、0.6、0.212 mm, 可调整	2.0 mm	2.0、1.0 mm、0.5 mm	2.0、1.0、0.5、0.25 mm
洗筛	0.063 mm	0.063 mm	0.2 mm	0.25 mm	0.075 mm
悬浊液制备方式	加热煮沸1h; 或振荡18 h	振荡18 h	浸泡2h, 加热煮沸1h	浸泡2h, 加热煮沸1h	浸泡过夜, 煮沸40 min
消泡剂	2-辛醇、乙醇	辛二醇或其他	95%乙醇	异戊醇	—
分散剂	六偏磷酸钠和碳酸钠混合溶液或其他	六偏磷酸钠和碳酸钠混合溶液或其他	根据pH加入不同分散剂(石灰性加六偏磷酸钠, 中性加草酸钠, 酸性加氢氧化钠)	根据pH加入不同分散剂(石灰性加六偏磷酸钠, 中性加草酸钠, 酸性加氢氧化钠)	六偏磷酸钠或其他

悬浊液恒温要求	需恒温装置	需恒温装置	—	仅要求温度变化小	恒温水槽
粒径划分及计算	(2.0、0.6、0.212、0.063)、0.002等，中间可加点	(2.0、0.6、0.212、0.063)、0.002等，中间可加点	(2.0、0.2)、0.02、0.002 mm；由分配曲线查得	(2.0、1.0、0.5、0.25)、0.05、0.02、0.002 mm	(2.0、1.0、0.5、0.25、0.075)、0.05、0.01、0.005、0.002 mm
土壤颗粒分级标准	—	—	国际制	美国制	—
测定方法——吸液管法					
取样量	砂土约 60.00 g，黏土约 20.00 g，中间类型土壤取样量按比例估算	砂土约 30.000 g，黏土约 10.000 g，中间土壤类型取样量按比例估算	—	10.000 g	黏土 10.000~15.000 g，砂土 20.000 g
前处理	去除有机质、可溶性盐和石膏及铁的氧化物和碳酸盐	去除有机质、可溶性盐和石膏		去除钙、碳酸盐及有机质	去除易溶盐
沉降时间	依据给出时间吸液（据土壤密度、温度等参数计算）	依据给出时间吸液（据土壤密度、温度等参数计算）		依据给出时间吸液（据土壤密度、温度等参数计算）	依据给出时间吸液（据土壤密度、温度等参数计算），可调整
测定方法——比重计法					
取样量	同吸液管法	砂土 60.000 g，黏土 20.000 g，中间土壤类型取样量按比例估算	50.00 g	黏土或壤土 50.000 g，砂土 100.000 g	30.000 g
比重计	甲种比重计，依据比重计证书进行校正	乙种比重计，附详细校正步骤	甲种比重计，附详细校正步骤	甲种比重计，只附温度校正表	甲种和乙种比重计，附土粒比重及温度校正表
前处理	同吸液管法	同吸液管法	无	无	去除易溶盐
沉降时间	时间固定，由时间推算粒径	时间固定，由时间推算粒径	时间固定，由时间推算粒径	时间固定，对应固定粒径	时间固定，由时间推算粒径

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订的基本原则

本标准依据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》和《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求，以国内外相关标准为基础进行编制。

（1）本标准的转化原则是既参考国外最新的标准、方法和技术，又考虑国内现有试验条件的实际情况；

（2）方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求，对不同类型土壤进行精密度测定，结果良好；

（3）方法具有普遍适用性，易于在环境保护领域推广使用：本标准方法采用吸液管法和比重计法测定土壤粒度，常用仪器设备有吸液管装置和甲种比重计，国内均有厂商具备生产能力，易于购买，可适应我国大部分环境监测及相关实验室仪器设备、技术能力的要求。

4.2 标准制修订的技术路线

本标准的转化工作依据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求开展。在对国内外的分析方法调研基础上，改进样品前处理、仪器等，通过实验，优化 ISO 11277-2009 分析步骤，并进行方法验证，见图 1。

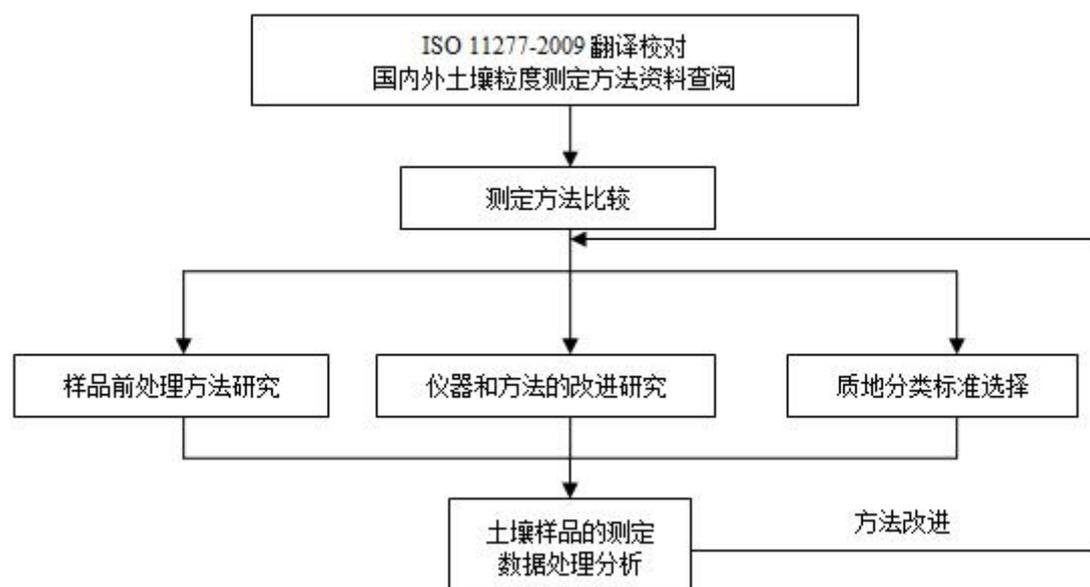


图 1 本标准制订的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

（1）本标准拟通过对 ISO 11277-2009 的转化，制定符合我国土壤环境管理需要的土壤粒度分析标准方法。

（2）通过实验和验证，确定方法的可行性和适用性。方法需与《全国土壤污染状况调查分析测试方法技术规定》、《全国土壤污染状况详查分析测试方法技术规定》相统一，使测定的数据可以有较强的延续性和比较性。

在对 ISO 11277-2009 标准转化的过程中，为与国内现行标准尽量保持一致，同时使其更具可行性，本标准对以下内容进行了调整：

(1) 删除干筛分方法，即不再测定粒径 $>2\text{ mm}$ 的土壤颗粒，将所测样品的最大粒径由 200 mm 降低到 2 mm ；明确样品采集和保存、试样制备的步骤，使其更符合我国环境监测的习惯与规范。

(2) 调整部分仪器设备的要求及表述，使其更符合我国标准文本行文习惯及实验室实际需求。主要调整内容有：

a) 删除设备数量的要求；

b) 将称量瓶的材质由玻璃调整为玻璃或金属材质，国内实验室常用称量器皿为铝制，该材质称量瓶质量平行性好，且对实验结果无影响；

c) 对玻璃沉降管进行了局部调整，一是将容量由 500 ml 调整为 1000 ml ，与国内同类标准保持一致（按本标准说明，密度不影响测定结果），同时也与附录 A 比重计法保持一致；二是将无倾倒口的沉降管改为量筒，降低实验室订购器材的成本。另外，因量筒体积增大，将取样量也相应增大。

d) 因“高型玻璃烧杯 容量 650 ml ，带玻璃盖，或 300 ml 有防漏盖的离心瓶”中 650 ml 高型玻璃烧杯需要定制，根据各实验室实际经验， 1000 ml 锥形瓶可满足要求，又易于购买，利于控制成本；最终定容体积由 500 ml 调整为 1000 ml ，故将离心管体积增大为 500 ml 。

e) 因市面上已有稳定成熟的吸液管装置，故删除“吸气装置”的要求，改为“球阀或等效装置”。

(3) 对于“分散剂溶液”，除原文提供分散剂种类外，又增加了根据土壤 pH 值加入不同分散剂种类的选择。

(4) 分散过程除原有振荡法外，增加了加热煮沸法，既与国内方法保持一致，又可有效减少实验时间，提高分析效率。

(5) 完善计算公式，使其条理更清晰、更具可行性。

(6) 将乙种比重计更换为甲种比重计。国内现行标准、市面流通及各实验室常用比重计多为甲种，乙种比重计在各行业实验中使用率很低。另外，因比重计制造过程中刻度往往不易准确，原文中要求使用前必须进行刻度、弯月面及土粒有效沉降距离等的校正，但这些校正工作极其繁重。目前国内已能够制造出精确至 0.5g/L 的甲种比重计，且在出厂前已对刻度、弯月面、沉降距离等进行了校正。如采用此种标准的比重计，且备有检定合格证书，使用前不需进行校正，故标准文本中对比重计的校正进行了简化。

(7) ISO 11277-2009 标准给出的吸液管取样时间存在错误，特别是第 1 次取样时间，根据公式重新计算进行了订正。

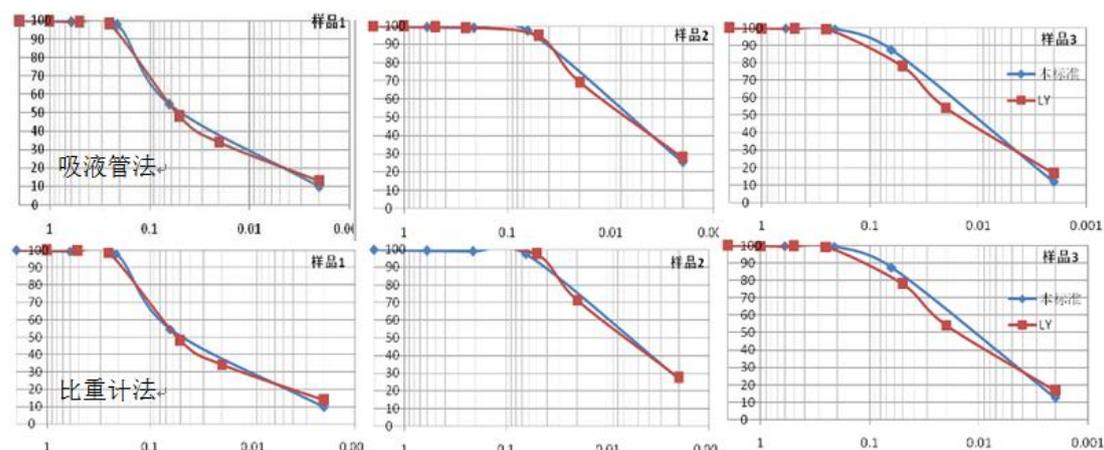


图2 本标准与 LY/T 1225-1999 结果比对

在对以上内容调整后，与《森林土壤颗粒组成（机械组成）的测定》（LY/T 1225-1999）进行了比对实验（见图2），从图中可以看出，两者结果基本一致。

5.2 方法原理

将通过 2 mm 筛孔的风干土样制成悬浊液。粒径大于 0.063 mm 的颗粒由一定孔径的筛子筛分；小于 0.063 mm 的颗粒则依据斯托克斯（Stokes）定律，采用吸液管法或者比重计法测定。根据各级颗粒质量计算其百分含量，并在半对数纸上绘制土壤粒径累积分布曲线（见图5），从而确定土壤粒度。

5.3 试剂和材料

本方法为 ISO 11277-2009 标准方法的转化，因此，试剂种类及浓度的选择参考该标准方法而来。主要试剂包括：六偏磷酸钠、无水碳酸钠、过氧化氢等。

选择分散剂时，既要考虑不同土类的黏粒矿物组成、结晶性质及浓度，又要考虑到试验数据的可比性及国内外交流的需要。国内对分散剂的选用有不同看法，有的根据土壤种类选择分散剂，有的根据土壤 pH 选择分散剂。而国际上现在有采用强分散剂而不是因土壤不同采用不同分散剂的趋势，以便统一标准和方法。美国的 ASTM-82 已用六偏磷酸钠的搅拌方法；英国 BS1377-75 也改用加硅酸钠振荡 4h 的方法；德国 DIN18123-71 采用的是 5% 焦磷酸钠。ISO 11277-2009 推荐的分散剂是六偏磷酸钠和无水碳酸钠的混合溶液，适用于大多数土壤，但对某些土壤，特别是酸性土壤，加入该溶液后仍产生凝聚，此时需要根据土壤 pH 选择其他分散剂。

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。各主要试剂的浓度如下：

5.3.1 过氧化氢： $\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$ 。

5.3.2 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.18 \text{ g/ml}$ 。

5.3.3 冰乙酸（ CH_3COOH ）。

5.3.4 消泡剂：2-辛醇 [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$]、乙醇（ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）。

5.3.5 六偏磷酸钠 [$(\text{NaPO}_3)_6$]。

5.3.6 无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。

5.3.7 草酸钠（ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ）。

5.3.8 氢氧化钠 (NaOH)。

5.3.9 氯化钙 (CaCl₂)。

5.3.10 连二亚硫酸钠 (Na₂S₂O₄)。

5.3.11 乙酸钠 (CH₃COONa)。

5.3.12 盐酸溶液: $c=1$ mol/L。

取 85 ml 盐酸 (5.3.2), 用水稀释至 1000 ml。

5.3.13 草酸钠溶液: $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.5$ mol/L。

称取 33.5 g 草酸钠 (5.3.7), 加水 700 ml, 加热溶解, 冷却后用水稀释至 1000 ml。

5.3.14 氢氧化钠溶液: $c=0.5$ mol/L。

称取 20 g 氢氧化钠 (5.3.8) 溶于适量水中, 用水稀释至 1000 ml。

5.3.15 分散剂溶液

称取 33 g 六偏磷酸钠 (5.3.5) 和 7 g 无水碳酸钠 (5.3.6), 溶于适量水中, 用水稀释至 1000 ml。贮存于棕色瓶中, 有效期为一个月。

该分散剂溶液 pH 值约为 9.8, 适用于大多数土壤。对加入该溶液后仍产生凝聚的土壤, 根据其 pH 加入不同的分散剂: 中性土壤加 25.00 ml 草酸钠溶液 (5.3.13), 酸性土壤加 25.00 ml 氢氧化钠溶液 (5.3.14)。

5.3.16 氯化钙溶液: $c=1$ mol/L。

称取 111 g 氯化钙 (5.3.9) 溶于适量水中, 用水稀释至 1000 ml。

5.3.17 连二亚硫酸钠溶液: $\rho=40$ g/L。

称取 40 g 连二亚硫酸钠 (5.3.10) 溶于适量水中, 用水稀释至 1000 ml。

5.3.18 乙酸钠溶液: $c=0.3$ mol/L。

称取 24.62 g 乙酸钠 (5.3.11) 溶于适量水中, 用水稀释至 1000 ml。

5.4 仪器和设备

本标准作为 ISO 11277-2009 标准的转化方法, 所用仪器设备及其参数也均参考该标准方法而来。

5.4.1 恒温室或恒温水浴: 20~30°C, ± 0.5 °C。

5.4.2 振荡设备: 转速为 30 ± 2 r/min 的翻转式振荡装置。

5.4.3 鼓风干燥箱: 105~110°C。

5.4.4 电热板。

5.4.5 离心机: 转速不低于 1000 r/min。

5.4.6 分析天平: 感量为 0.0001 g。

5.4.7 洗筛: 孔径 0.063 mm。

5.4.8 金属土壤筛: 孔径分别为 2 mm、0.60 mm、0.212 mm, 禁止使用圆孔筛。

5.4.9 玻璃量筒: 容量 1000 ml, 配橡胶塞或搅拌器。

5.4.10 称量瓶: 玻璃或金属材质, 50 ml。

5.4.11 离心管: 有机材质, 具防漏盖, 500 ml; 也可使用 1000 ml 锥形瓶。

5.4.12 吸液管 (见图 3): 容积为 25 ml, 需与球阀或等效装置 (5.4.14) 配套使用。

新购置的吸液管在使用前要对其容积进行准确测量。

测量方法：彻底清洗和干燥吸液管，吸水进入其中并充满。将吸液管中的水放至已知质量的称量瓶（5.4.10）中，称重（精确到 0.0001 g）。根据水的质量（ m_c ），计算吸液管容积（ V_c ）。上述操作重复三次，取平均值，精确到 0.05 ml。

吸液管容积按公式（1）计算：

$$V_c = \frac{m_c}{\rho} \quad (1)$$

式中： V_c ——吸液管容积，ml；

m_c ——吸液管所取水的质量，g；

ρ ——在试验温度下，水的密度，g/ml，见表 6。

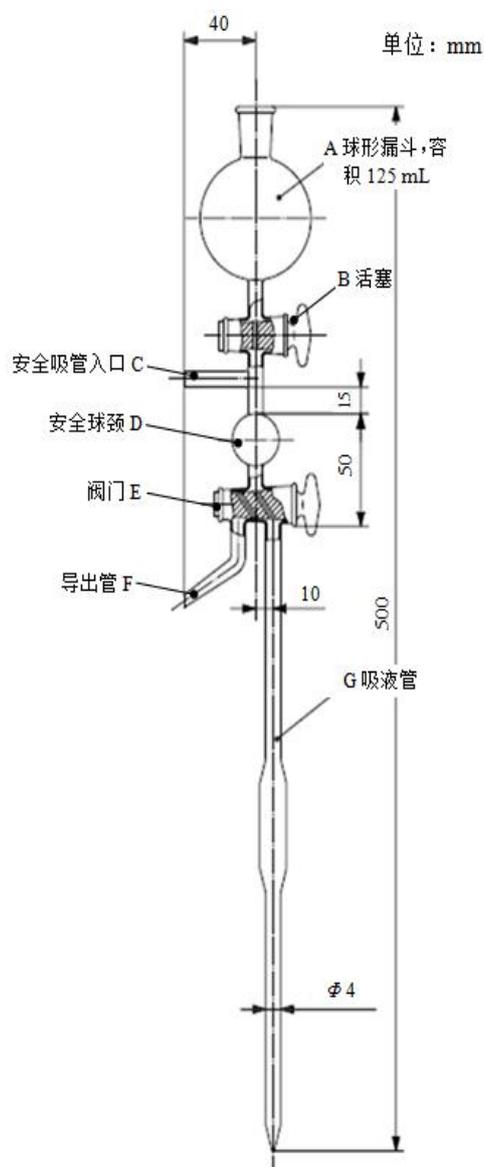


图 3 吸液管

5.4.13 搅拌器：金属或抗腐蚀的塑胶材质，也可采用带橡胶塞的玻璃棒，见图 4。

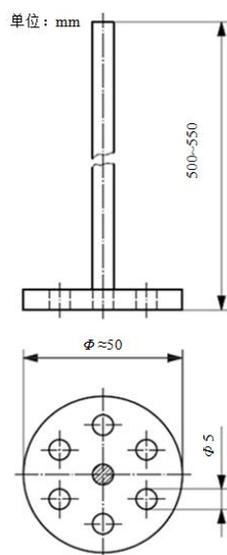


图4 搅拌器

5.4.14 球阀或等效装置。

5.4.15 比重计：刻度范围为0~60 g/L，精度为0.5 g/L。

比重计在使用前，要根据所附证书进行有效深度 z 的校准。

5.4.16 一般实验室常用仪器和设备。

5.5 样品

5.5.1 样品采集和保存

土壤样品的采集和保存按照 HJ/T 166 执行。

5.5.2 试样的制备

按照 HJ/T 166 的相关规定，将土壤样品放置于搪瓷盘中，摊成 2~3 cm 的薄层，实时地压碎、翻动，捡出碎石、砂砾、植物残体等异物。

将风干的样品倒在有机玻璃板上，用木锤、木滚等再次压碎，捡出异物，过 2 mm 土壤筛（5.4.8）。

5.6 分析步骤

5.6.1 预处理

(1) 称样

因悬浊液最终定容体积由 500 ml 调整到 1000 ml，取样量相应扩大 2 倍。

称取适量 (m_s ，精确到 0.01 g) 土样（5.5.2）于离心管或锥形瓶中（5.4.11）。取样量根据土壤类型确定，砂土约 60 g，黏土约 20 g，中间类型土壤取样量按比例估算。

对于有机质、可溶性盐和石膏、氧化铁和碳酸盐等含量较低的土样，称样后可直接筛分（5.6.2）；含量较高以致干扰测定时，按照（2）~（4）进行预处理。

(2) 去除有机质

可采用以下 2 种方式去除样品中的有机质。

方式 1：使用离心管时，在管中加入约 30 ml 水，使样品完全湿润，再加入 30 ml 过氧化氢（5.3.1），搅匀，泡沫较多时，加入适量消泡剂（5.3.4）消泡。继续加水，至体积在 150~200 ml，静置过夜后离心（推荐条件：转速不小于 1000 r/min，离心 15 min），弃去上

清液。重复以上步骤，直至上清液无色或接近无色。

注 1：上清液离心效果较差时，加入 25 ml 氯化钙溶液（5.3.16），充分搅拌，加水至 250 ml，静置后离心（条件同上），弃去上清液。再加入 250ml 水重复清洗步骤，直至植物的木质化残留物颜色变浅。

方式 2：使用锥形瓶时，在瓶中加入约 30 ml 水，使样品完全浸润，再加入 30 ml 过氧化氢（5.3.1），搅匀，泡沫较多时，加入适量消泡剂（5.3.4）消泡。待反应稳定后放置过夜，置于电热板（5.4.4）上小心加热。用消泡剂（5.3.4）消泡，并不断搅拌。保持样品湿润，必要时可加入适量水，使悬浊液保持微沸状态，直至起泡现象消失。如仍有未分解的有机物，停止加热，冷却后继续加入过氧化氢（5.3.1）进行重复处理，直至植物的木质化残留物颜色变浅。将处理好的样品转移到离心管中，溶液体积控制在 150~200 ml，离心（条件同上），弃去上清液。

（3）去除可溶性盐和石膏

在上述离心管中加入 250 ml 水，盖上盖子，于振荡器（5.4.2）上振荡 1 h 后，离心（条件同上），弃去上清液。重复上述过程，直至上清液电导率小于 40.0 mS/m。

（4）去除氧化铁和碳酸盐

在经过上述处理的样品中，按 1：40 固液比分别加入连二亚硫酸钠溶液（5.3.17）和乙酸钠溶液（5.3.18），加冰乙酸（5.3.3）调节 pH 至 3.8，振荡过夜，离心（条件同上），弃去上清液。

根据碳酸盐质量分数，继续加入适量盐酸溶液（5.3.12），再加水至 250 ml，于 80℃ 水浴中加热 15 min，并不断搅拌。静置过夜后离心（条件同上），弃去上清液。重复上述过程，直至上清液电导率小于 40.0 mS/m。

注 2：碳酸盐质量分数小于 2% 时，加 25 ml 盐酸溶液（5.3.12）；碳酸盐质量分数大于 2% 时，每 1% 碳酸盐加入 4 ml 盐酸溶液（5.3.12），再加入 25 ml 盐酸溶液（5.3.12）。

5.6.2 筛分

（1）分散土样

将经过预处理的样品转移至锥形瓶（5.4.11）中，加适量水，使溶液体积控制在 150~200 ml，再加入 25.00 ml 分散剂溶液（5.3.15）。瓶口放一小漏斗，置于电热板（5.4.4）上加热，微沸 1 h，煮沸过程中要经常摇动锥形瓶，以防土粒沉积于瓶底结成硬块。

注 3：也可将加入分散剂的溶液置于离心管中，于振荡器（5.4.2）上振荡 18 h。

（2）湿筛分

将洗筛（5.4.7）放在大玻璃漏斗里，并置于量筒中。将分散好的样品全部转移至洗筛上，用洗瓶冲洗样品直至滤液不再浑浊，冲洗水的总体积不能超过 1000 ml。向量筒中加水至 1000 ml，制成悬浊液。

注 4：当土壤难以过筛时，可事先在筛板上滴几滴分散剂溶液湿润筛孔，有助于过筛。

注 5：可用带橡胶套的玻璃棒或塑料棒搅动筛网上的悬浊液，以减缓筛孔堵塞。

将洗筛上的样品冲洗至蒸发皿中，在电热板上蒸干后，移入烘箱，于 105~110℃ 下烘 6 h，置于干燥器中冷却至室温后，依次过 0.60 mm 及 0.212 mm 土壤筛（5.4.8），并分别称重（精确到 0.0001 g）。

5.6.3 沉降

将盛有土壤悬浊液（5.6.2）的量筒置于恒温环境（5.4.1）中至少 1 h。使用水浴时，确保水浸没到 1000 ml 刻度处。将量筒以不少于 30 次/min 的频率，振荡 2 min；也可用搅拌棒垂直搅拌悬浊液 1 min，上下各 30 次，确保没有样品残留在管壁上。

量筒直立的瞬间或者刚停止搅拌时，开始计时。如有泡沫，可加入 1~2 滴消泡剂（5.3.4）消泡。

沉降完成后，根据需要，选择吸液管法或比重计法进行下一步测定。

5.6.4 吸液管法

（1）分散剂质量校准

吸取 25.00 ml 分散剂溶液（5.3.15）至玻璃量筒（5.4.9）中，加水至 1000 ml，充分混合，在恒温环境（5.4.1）下放置至少 1 h。用吸液管（5.4.12）从量筒中吸满溶液，放至已知质量的称量瓶（5.4.10）中，在电热板上蒸干后，移入烘箱，于 105~110℃ 下烘 6 h，置于干燥器中冷却至室温后，称重（ m_r ，精确到 0.0001 g）。

（2）吸液

ISO 11277-2009 标准给出的吸液管取样时间存在错误，特别是第 1 次取样时间，根据公式计算后进行了订正，详见表 5。

将制备好的土壤悬浊液（5.6.3）按表 5 规定时间静置后用吸液管（5.4.12）吸液。

在吸液前约 15 s，关闭阀门，将吸液管自悬浊液中央垂直插入至液面下 100 ± 1 mm 处。操作时尽量避免扰动悬浊液，且上述操作要在 10 s 内完成。

打开阀门，使吸液管充满样品后，将其自悬浊液中完全取出。取样操作需在 10 s 内完成。

将吸液管安全球颈内的悬浊液通过导出管排入废液瓶，并用水冲洗至安全球颈内无悬浊液残留。

表 5 悬浊液静置时间
(取样深度为 100 ± 1 mm，假定土壤密度为 2.65 g/cm^3)

粒径 时间 温度(°C)	0.063 mm		0.020 mm		0.006 mm		0.002 mm		
	min	s	min	s	min	s	h	min	s
20	0	28	4	39	51	35	7	44	17
21	0	27	4	32	50	21	7	33	9
22	0	27	4	25	49	10	7	22	30
23	0	26	4	19	48	2	7	12	18
24	0	26	4	13	46	54	7	2	7
25	0	25	4	8	45	52	6	52	51
26	0	24	4	2	44	51	6	43	35
27	0	24	3	57	43	52	6	34	46
28	0	23	3	52	42	53	6	25	58
29	0	23	3	47	41	58	6	17	38
30	0	22	3	42	41	5	6	9	45

（3）称重

把已知重量的称量瓶（5.4.10）置于吸液管下方，打开阀门，将其中的悬浊液转移到称量瓶中。用水冲洗吸液管内壁至无悬浊液残留，将冲洗水也放入称量瓶中，在电热板上蒸干后，移入烘箱，于 105~110℃ 下烘 6 h。置于干燥器中冷却至室温后，称重（ m_{s1} ，精确到 0.0001 g）。

清洁附着在吸液管外部的残留物，根据表 5 给出的时间，按照同样的步骤，吸取不同粒径的样品，称重（ m_{sx} ，精确到 0.0001 g）。

注 6：根据需要确定所取颗粒粒径，0.063 mm 和 0.002 mm 为必测粒径。

5.6.5 比重计法

（1）分散剂校准溶液的制备

吸取 25.00 ml 分散剂溶液（5.3.15）至玻璃量筒（5.4.9）中，加水至 1000 ml，充分混合，制成分散剂校准溶液，置于恒温环境（5.4.1）中。

（2）测量

把比重计（5.4.15）缓慢垂直浸入制备好的悬浊液（5.6.3）中（稍低于浮动的位置，并允许其自由浮动），在 0.5 min、1 min、2 min 和 4 min 时从弯月面上边缘读取比重计读数，记录为 m' （g）。

读数后轻轻取走比重计，用水冲洗、晾干，置于含分散剂校准溶液的量筒中，按同样方法读数，记录为 m_o' （g）。重新把比重计轻轻插入土壤悬浊液中，在沉降 8 min、30 min、8 h、24 h 时分别读数，记录为 m' （g）。

（3）土壤水分换算系数 K 的测定

称取 10 g 土样（5.5.2）于已知质量的称量瓶（5.4.10）中，称重（ m_1 ，精确到 0.01 g），于 105~110℃ 下烘 6 h，置于干燥器中，冷却至室温后称重（ m_2 ，精确到 0.01 g）。

5.7 结果计算与表示

5.7.1 吸液管法结果计算

1000 ml 悬浊液中各级颗粒质量按公式（2）~（4）进行计算：

$$m_{0.020\sim 0.063} = \frac{1000(m_{s1}-m_{s2})}{V_c} \quad (2)$$

$$m_{0.002\sim 0.020} = \frac{1000(m_{s2}-m_{s3})}{V_c} \quad (3)$$

$$m_{<0.002} = \frac{1000(m_{s3}-m_r)}{V_c} \quad (4)$$

式中： $m_{0.020\sim 0.063}$ ——粒径在 0.020 mm~0.063 mm 之间的颗粒的质量，g；

$m_{0.002\sim 0.020}$ ——粒径在 0.002 mm~0.020 mm 之间的颗粒的质量，g；

$m_{<0.002}$ ——粒径<0.002 mm 的颗粒的质量（扣除分散剂的质量），g；

m_{sx} ——第 x 次移液时，吸液管内样品的固态物质质量，g；

m_r ——分散剂校正质量，g；

V_c ——吸液管容积，ml。

各级颗粒百分含量按公式（5）~（11）进行计算：

$$\omega_{0.60\sim 2.00} = \frac{m_{0.60\sim 2.00}}{m_t} \times 100\% \quad (5)$$

$$\omega_{0.212\sim 0.60} = \frac{m_{0.212\sim 0.60}}{m_t} \times 100\% \quad (6)$$

$$\omega_{0.063\sim 0.212} = \frac{m_{0.063\sim 0.212}}{m_t} \times 100\% \quad (7)$$

$$\omega_{0.020\sim 0.063} = \frac{m_{0.020\sim 0.063}}{m_t} \times 100\% \quad (8)$$

$$\omega_{0.002\sim 0.020} = \frac{m_{0.002\sim 0.020}}{m_t} \times 100\% \quad (9)$$

$$\omega_{<0.002} = \frac{m_{<0.002}}{m_t} \times 100\% \quad (10)$$

$$m_t = m_{0.60\sim 2.00} + m_{0.212\sim 0.60} + \dots + m_{<0.002} \quad (11)$$

式中： $\omega_{0.60\sim 2.00}$ ——粒径在 0.60 mm~2.00 mm 之间的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{0.212\sim 0.60}$ ——粒径在 0.212 mm~0.60 mm 之间的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{0.063\sim 0.212}$ ——粒径在 0.063 mm~0.212 mm 之间的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{0.020\sim 0.063}$ ——粒径在 0.020 mm~0.063 mm 之间的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{0.002\sim 0.020}$ ——粒径在 0.002 mm~0.020 mm 之间的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{<0.002}$ ——粒径<0.002 mm 的颗粒的百分含量，%；

$m_{0.60\sim 2.00}$ ——粒径在 0.60 mm~2.00 mm 之间的颗粒的质量，g；

$m_{0.212\sim 0.60}$ ——粒径在 0.212 mm~0.60 mm 之间的颗粒的质量，g；

$m_{0.063\sim 0.212}$ ——粒径在 0.063 mm~0.212 mm 之间的颗粒的质量，g；

m_t ——土壤各级颗粒总质量（过 0.063 mm 筛的与沉降的各级土壤颗粒质量之和），g。

注 7：该计算方法中土壤各级颗粒总质量 m_t 为去除有机质、可溶性盐和石膏、氧化铁和碳酸盐后的各级颗粒质量总和，而不是 5.6.1 中称量的土壤质量 m_s 。

各级颗粒累积百分含量参照公式（12）~（16）进行计算：

$$\omega_{<2.00} = \omega_{0.60\sim 2.00} + \omega_{0.212\sim 0.60} + \omega_{0.063\sim 0.212} + \omega_{0.020\sim 0.063} + \omega_{0.002\sim 0.020} + \omega_{<0.002} \quad (12)$$

$$\omega_{<0.60} = \omega_{0.212\sim 0.60} + \omega_{0.063\sim 0.212} + \omega_{0.020\sim 0.063} + \omega_{0.002\sim 0.020} + \omega_{<0.002} \quad (13)$$

$$\omega_{<0.212} = \omega_{0.063\sim 0.212} + \omega_{0.020\sim 0.063} + \omega_{0.002\sim 0.020} + \omega_{<0.002} \quad (14)$$

$$\omega_{<0.063} = \omega_{0.020\sim 0.063} + \omega_{0.002\sim 0.020} + \omega_{<0.002} \quad (15)$$

$$\omega_{<0.020} = \omega_{0.002\sim 0.020} + \omega_{<0.002} \quad (16)$$

式中： $\omega_{<2.00}$ ——粒径<2.00 mm 的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{<0.60}$ ——粒径<0.60 mm 的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{<0.212}$ ——粒径<0.212 mm 的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{<0.063}$ ——粒径<0.063 mm 的颗粒的百分含量，%；

$\omega_{<0.020}$ ——粒径<0.020 mm 的颗粒的百分含量，%。

5.7.2 比重计法结果计算

土壤水分换算系数 K 按公式（17）进行计算：

$$K = \frac{m_2 - m_w}{m_1 - m_w} \quad (17)$$

式中： m_1 ——风干土及称量瓶质量，g；

m_2 ——烘干土及称量瓶质量，g；

m_w ——称量瓶质量，g；

K ——土壤水分换算系数。

比重计的真实读数按公式（18）进行计算：

$$m = m' - m_o' \quad (18)$$

式中： m ——比重计真实读数，g；

m' ——观察的比重计读数，g；

m_o' ——含分散剂校准溶液量筒中的比重计读数，g。

颗粒粒径按公式（19）进行计算：

$$d_p^2 = 1.8\eta z / (\rho_s - \rho_w)gt \quad (19)$$

式中： d_p ——颗粒粒径，mm；

η ——在试验温度下，水的黏滞系数，g/m·s，见表6；

z ——有效深度，mm；

ρ_s ——颗粒密度，假设为2.65 g/cm³；

ρ_w ——悬浊液密度，1.00 g/cm³；

g ——重力加速度，981 cm/s²；

t ——沉降时间，s；

表6 水的密度及黏滞系数

温度（℃）	密度 ρ （g/ml）	黏滞系数 η （g/m·s）
20	0.9982	1.002
21	0.9980	0.978
22	0.9978	0.955
23	0.9975	0.933
24	0.9973	0.911
25	0.9970	0.891
26	0.9968	0.871
27	0.9965	0.852
28	0.9962	0.833
29	0.9959	0.815
30	0.9957	0.798

各级颗粒累积百分含量按公式（20）进行计算：

$$\omega = \frac{m}{m_s \times K} \times 100\% \quad (20)$$

式中： ω ——各级颗粒累积百分含量，%；

m ——比重计真实读数，g；

m_s ——土壤取样质量，g；

K ——土壤水分换算系数。

5.7.3 结果表示

测定结果保留至小数点后一位，最多保留 3 位有效数字。最终结果要以各级颗粒累积百分含量为纵坐标，以其对应的颗粒粒径为横坐标，在半对数坐标纸上绘制成土壤粒径累积分布曲线（见图 5）。

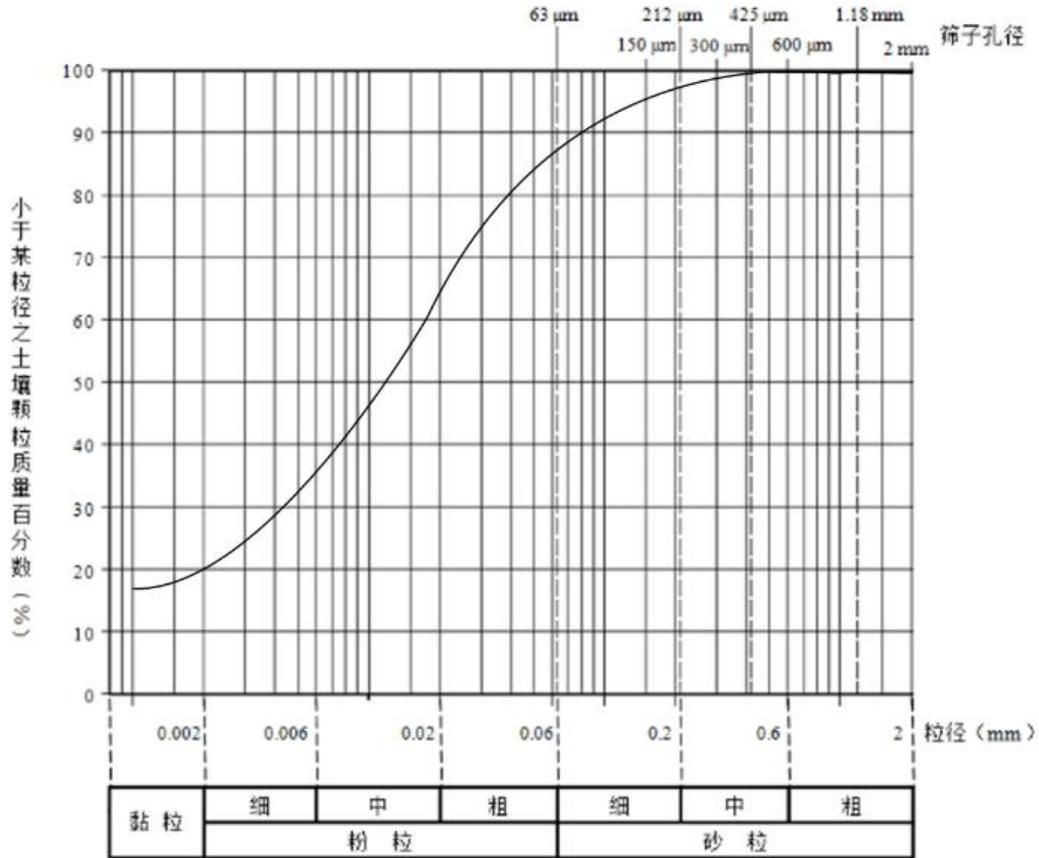


图 5 土壤粒径累积分布曲线示意图

5.8 质量保证和质量控制

土壤粒度因其特殊性，以平行样测定结果的绝对偏差对其进行评价。同时考虑到实际分析过程中，各实验室选测粒径不同，按砂粒（2.000-0.063 mm）、粉粒（0.063-0.002 mm）、黏粒（<0.002 mm）确定绝对偏差限值。

根据 7 家实验室的验证数据，选择每组平行测定中的最大值和最小值，计算其绝对偏差，粒径在 2.000-0.063 mm 时，吸液管法绝对偏差最大值为 2.7%，比重计法稍大，为 4.1%；粒径在 0.063-0.002 mm 和 <0.002 mm 时，两种方法差别不大，具体详见表 7。

表 7 绝对偏差汇总表

土壤粒径 (mm)	吸液管法绝对偏差 (%)		比重计法绝对偏差 (%)		绝对偏差限值 (%)
	最小值	最大值	最小值	最大值	
2.000-0.063	0.2	2.7	0.3	4.1	<4.5
0.063-0.002	0.5	2.8	0.5	2.7	<3.0
<0.002	0.1	2.9	0.2	2.5	<3.0

最终确定，要求每批样品（不多于 20 个）至少测定一个平行样，各级颗粒测定结果的

绝对偏差不能超过表 8 限值。

表 8 绝对偏差限值

土壤粒径 (mm)	绝对偏差 (%)
2.000-0.063	<4.5
0.063-0.002	<3.0
<0.002	<3.0

5.9 注意事项

(1) 吸液管法操作复杂，精度较高；比重计法操作相对简单，适用于大批样品测定，可根据测定目的选择方法。

(2) 在试样制备时，应使用木锤、木滚、木棒等压碎样品，禁止使用玛瑙、金属、玻璃等硬材质的工具碾压样品；严禁使用研磨机等机械设备磨碎样品。

(3) 量筒应放置在昼夜温差小处，避免阳光直射导致悬浊液涡流，影响土粒自由沉降。

(4) 搅拌悬浊液时，上下速度要均匀，搅拌棒向下要触及量筒底部，向上时金属片不能露出液面，否则会使空气压入悬浊液，产生涡流，影响土粒开始时的沉降速度。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

本标准按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)的规定，选择有资质的实验室进行方法验证。本次验证选择了国内 3 家制样单位及 7 家测定土壤粒度经验丰富的单位参与方法验证，参与实验验证的单位分别为中国农业大学土壤与水科学系、河北省地矿局第二地质大队实验室、河北华清环境科技股份有限公司、河北省地矿局第四地质大队实验室、河北省地矿局第十一地质大队实验室、河北省地质实验测试中心、河北省区域地质矿产调查研究所实验室，参与样品制备的实验室分别为：河北省地矿局第六地质大队、河北省地球物理勘查院、河北省地矿局第九地质大队。具体验证实验室及人员的基本情况，见表 9。

表 9 参加验证的人员情况登记表

验证单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	工作年份	备注
中国农业大学土壤与水科学系	张伟涛	男	25	硕士	土壤学	2	
	戴莉	女	24	硕士	土壤学	2	
河北省地矿局第二地质大队实验室	蔺在元	男	30	助理工程师	水文与水资源工程	8	
	冯素辉	女	38	高级工程师	矿物加工	15	
	梅生学	男	29	助理工程师	水文与水资源工程	8	
河北华清环境科技股份有限公司	路凤祎	男	54	高级工程师	自动化	29	
	王爱珍	女	45	中级工程师	分析化学	20	

	蔺丹丹	女	27	助理工程师	化学工程与工艺	2	
	郭萌萌	女	28	助理工程师	环境工程	4	
河北省地矿局第四地质大队实验室	王立平	女	44	主任正高级工程师	工业分析	22	
	赵海珍	女	33	工程师	环境科学	10	
	张敬男	男	29	助理工程师	应用化学	5	
	尹剑飞	女	31	工程师	资源勘查工程	10	
河北省地矿局第十一地质大队实验室	张彩霞	女	25	助理工程师	岩矿分析与鉴定	3	
	胡海红	女	53	工程师	化学工程与工艺	33	
	王生进	男	36	高级工程师	化学工程	15	
河北省地质实验测试中心	危刚	男	30	工程师	冶金工程	7	
	齐向红	女	50	高级工程师	矿物加工工程	27	
	张凯熙	男	29	工程师	矿物加工工程	3	
	康志谦	女	49	助理工程师	土木工程	28	
	庞玉荣	女	56	教授级高工	矿物加工工程	35	
	王素	女	33	工程师	矿物加工工程	6	
河北省区域地质矿产调查研究所实验室	罗善霞	女	38	高级工程师	化学工程	9	
	侯慧敏	女	36	工程师	化学工程与工艺	14	
	周娟	女	31	工程师	岩矿分析与鉴定	10	

6.1.2 方法验证方案

按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的规定，组织了7家有资质的实验室进行验证。验证工作主要内容是方法精密度试验，向7家实验室发放3种不同类型的土壤样品（砂土、壤土、黏土），分别采用吸液管法和比重计法各进行6次样品平行测试，计算各级颗粒测定结果的平均值、标准偏差、相对标准偏差。

6.2 方法验证过程

通过筛选确定方法验证单位，按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间。要求在方法验证前，参加验证的操作人员熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤符合方法相关要求。确定验证报告提交时间。对验证过程中遇到问题及时沟通、交流和解决。

6.3 方法验证数据的取舍

本课题组在进行数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。

6.4 方法验证结论

验证结果表明：

(1) 7家实验室采用吸液管法，重复测定 ($n=6$) 3种不同类型 (砂土、壤土、黏土) 的土样粒度，各级颗粒测定结果如下：

粒径在 2~0.6 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 0.6%、0.3%、0.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.01%~35%、0.01%~35%、12%~32%，实验室间相对标准偏差分别为 51%、74%、41%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 0.9%、0.7%、0.5%；

粒径在 0.6~0.212 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 1.4%、0.5%、0.3%，实验室内相对标准偏差分别为 3.7%~20%、1.4%~72%、0.01%~27%，实验室间相对标准偏差分别为 68%、56%、32%，重复性限为 0.6%、0.5%、0.3%，再现性限为 2.8%、0.9%、0.4%；

粒径在 0.212~0.063 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 48.5%、21.1%、3.0%，实验室内相对标准偏差分别为 0.95%~3.7%、1.5%~12%、4.3%~36%，实验室间相对标准偏差分别为 40%、45%、51%，重复性限为 3.5%、3.4%、2.0%，再现性限为 54.3%、26.8%、4.5%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 40.4%、67.1%、72.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.48%~8.8%、0.59%~3.5%、0.51%~2.7%，实验室间相对标准偏差分别为 52%、11%、8.9%，重复性限为 4.2%、3.8%、2.8%，再现性限为 59.4%、21.6%、18.2%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 8.8%、10.9%、23.6%，实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~42%、2.6%~16%、1.4%~7.0%，实验室间相对标准偏差分别为 49%、49%、30%，重复性限为 2.7%、1.7%、2.6%，再现性限为 12.3%、15.1%、19.6%。

粒径在 2~0.063 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.2%，最大值为 2.7%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.5%，最大值为 2.8%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.1%，最大值为 2.9%。

(2) 7家实验室采用比重计法，重复测定 ($n=6$) 3种不同类型 (砂土、壤土、黏土) 的土样粒度，各级颗粒测定结果如下：

粒径在 2~0.6 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 0.6%、0.3%、0.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.01%~35%、9.7%~100%、12%~21%，实验室间相对标准偏差分别为 58%、65%、35%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 0.9%、0.7%、0.5%；

粒径在 0.6~0.212 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 1.2%、0.4%、0.3%，实验室内相对标准偏差分别为 3.7%~22%、7.0%~31%、0.01%~35%，实验室间相对标准偏差分别为 39%、82%、35%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 1.3%、1.0%、0.4%；

粒径在 0.212~0.063 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 44.8%、20.0%、3.6%，实验室内相对标准偏差分别为 0.95%~3.7%、1.6%~15%、3.8%~22%，实验室间相对标准偏差分别为 37%、50%、77%，重复性限为 3.9%、4.8%、2.2%，再现性限为 47.0%、28.1%、8.1%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 43.4%、65.3%、69.9%，实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~6.4%、1.1%~3.0%、0.75%~2.7%，实验室间相对标准偏差分别为 44%、12%、12%，重复性限为 4.0%、4.2%、3.4%，再现性限为 53.5%、22.7%、23.9%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 8.7%、12.2%、22.6%，实验室内相对标准偏差分别为 3.1%~14%、2.1%~11%、2.2%~7.9%，实验室间相对标准偏差分别为 39%、39%、30%，重复性限为 2.4%、2.3%、3.3%，再现性限为 9.7%、13.6%、19.6%。

粒径在 2~0.063 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.3%，最大值为 4.1%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.5%，最大值为 2.7%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.2%，最大值为 2.5%。

本标准吸液管法及比重计法都具有较好的重复性和再现性，方法各项特性指标达到预期要求。

7 与开题报告的差异说明

为降低实验失败风险，将开题报告中要求的6家验证实验室增加到7家；因未找到该项目的有证标准物质，本次验证采用统一制备的土壤样品进行了精密度实验。

8 本标准实施的建议

本标准规定了测定土壤粒度的筛分沉降法，具有良好的精密度，满足我国土壤环境监测质量要求。本标准的制定，填补了我国环境监测领域中土壤粒度分析方法的空白，从而推动我国土壤环境监测的发展。

9 参考文献

- [1]赵兰坡,邹永久,杨学明.土壤学[M].北京:北京农业大学出版社,1993,299-302.
- [2]中国科学院南京土壤研究所.土壤理化分析[M].上海:上海科学技术出版社,1978,196-211.
- [3]刘广通,海春兴,李占宏.应用吸管法进行风沙土机械组成分析的实验研究[J].水土保持研究,2007,14(2):121-123,126.
- [4]黄成敏,龚子同.土壤发生和发育过程定量研究进展[J].土壤,2000,(3):145.
- [5]吴庆标,王效科,张德平,等.呼伦贝尔草原土壤黏粉粒组分对有机碳和全氮含量的影响[J].生态环境,2004,13(4):630-632.
- [6]刘雪梅,黄元仿.应用激光粒度仪分析土壤机械组成的实验研究[J].土壤通报,2005,36(4):579-582
- [7]ISO 11277-2009 土壤 粒度的测定 筛分法和沉降法.
- [8]LY/T 1225-1999 森林土壤颗粒组成(机械组成)的测定.
- [9]NY/T1121.3-2006 土壤机械组成的测定.
- [10]Arya L M, Paris J F. A physicoempirical model to predict the soil moisture characteristic from particle-size distribution and bulk density data[J]. Soil Science Society of America Journal,1981, 45:1023-1030.
- [11]Tyler S W, Wheatcraft S W. Application of fractal mathematics to soil water retention[J]. Soil Science Society of America Journal, 1989(53): 987-996.
- [12]Zhuang J, Yan J. Estimating water retention characteristic from soil particle-size distribution using a non-similar media concept[J]. Soil science, 2001(166): 308-321.
- [13]Zhuang J, Yan J, Miyazaki T. Estimating water retention characteristic from soil particle size

distribution using a non-similar media concept [J] . Soil Sci Soc Am J,2001,166:308.

[14]Shirazi M A, Boersma L.A unifying quantitative analysis of soil texture[J]. Soil Science Society of America Journal, 1984(48): 142~147.

[15]Buchan G D, Applicability of the simple lognormal model to particle-size distribution in soils[J]. Soil Science, 1989(147): 155~161.

附

方法验证报告

方法名称：土壤 粒度的测定

项目主编单位：河北省环境监测中心

验证单位：中国农业大学土壤与水科学系、河北省地矿局第二地质大队实验室、河北华清环境科技股份有限公司、河北省地矿局第四地质大队实验室、河北省地矿局第十一地质大队实验室、河北省地质实验测试中心、河北省区域地质矿产调查研究所实验室

项目负责人及职称：邢志贤 正高级工程师

通讯地址：河北省石家庄市裕华区雅清街 30 号

电话：0311-89253353

报告编写人及职称：赵峥 工程师

报告日期：2018 年 3 月 29 日

1 原始测试数据

共有 7 家实验室参与《土壤 粒度的测定》的验证，分别为：1-中国农业大学土壤与水科学系、2-河北省地矿局第二地质大队实验室、3-河北华清环境科技股份有限公司、4-河北省地矿局第四地质大队实验室、5-河北省地矿局第十一地质大队实验室、6-河北省地质实验测试中心、7-河北省区域地质矿产调查研究所实验室；另外有 3 家实验室负责样品制备，分别为：8-河北省地矿局第六地质大队、9-河北省地球物理勘查院、10-河北省地矿局第九地质大队，相关情况见表 1-1~1-3。

1.1 实验室基本情况

表 1-1 参加验证人员情况登记表

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年限	验证单位
张伟涛	男	25	硕士	土壤学	2	中国农业大学土壤与水科学系
戴莉	女	24	硕士	土壤学	2	中国农业大学土壤与水科学系
蔺在元	男	30	助理工程师	水文与水资源工程	8	河北省地矿局第二地质大队实验室
冯素辉	女	38	高级工程师	矿物加工	15	河北省地矿局第二地质大队实验室
梅生学	男	29	助理工程师	水文与水资源工程	8	河北省地矿局第二地质大队实验室
王爱珍	女	45	中级工程师	分析化学	20	河北华清环境科技股份有限公司
蔺丹丹	女	27	助理工程师	化学工程与工艺	2	河北华清环境科技股份有限公司
郭萌萌	女	28	助理工程师	环境工程	4	河北华清环境科技股份有限公司
王立平	女	44	主任正高级工程师	工业分析	22	河北省地矿局第四地质大队实验室
赵海珍	女	33	工程师	环境科学	10	河北省地矿局第四地质大队实验室
张敬男	男	29	助理工程师	应用化学	5	河北省地矿局第四地质大队实验室
尹剑飞	女	31	工程师	资源勘查工程	10	河北省地矿局第四地质大队实验室
张彩霞	女	25	助理工程师	岩矿分析与鉴定	3	河北省地矿局第十一地质大队实验室
胡海红	女	53	工程师	化学工程与工艺	33	河北省地矿局第十一地质大队实验室
王生进	男	36	高级工程师	化学工程	15	河北省地矿局第十一地质大队实验室
危刚	男	30	工程师	冶金工程	7	河北省地质实验测试中心
齐向红	女	50	高级工程师	矿物加工工程	27	河北省地质实验测试中心
张凯熙	男	29	工程师	矿物加工工程	3	河北省地质实验测试中心

康志谦	女	49	助理工程师	土木工程	28	河北省地质实验测试中心
庞玉荣	女	56	教授级高工	矿物加工工程	35	河北省地质实验测试中心
王素	女	33	工程师	矿物加工工程	6	河北省地质实验测试中心
罗善霞	女	38	高级工程师	化学工程	9	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
侯慧敏	女	36	工程师	化学工程与工艺	14	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
周娟	女	31	工程师	岩矿分析与鉴定	10	河北省区域地质矿产调查研究所实验室

表 1-2 参加验证单位仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况	验证单位
吸管仪	—	—	良好	中国农业大学土壤与水科学系
比重计	—	—	良好	中国农业大学土壤与水科学系
土壤颗粒分析吸管装置	QYLC-T01	T18001	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
搅拌棒	50 mm*55 cm	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
秒表	1 s	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
离心机	100 ml * 4	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
土壤筛	0.600 mm、0.212 mm	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
洗筛	0.063 mm	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
密度计	TM-85 型 甲型	—	正常	河北省地矿局第二地质大队实验室
标准沉降筒	1000 ml	—	良好	河北省地矿局第二地质大队实验室
土壤粒径测定仪	LD-2	—	良好	河北华清环境科技股份有限公司
电子天平	ME204E/02	B525084382	良好	河北华清环境科技股份有限公司
远红外干燥箱	GX-65B	G11169	良好	河北华清环境科技股份有限公司
台式低速离心机	TD5A-WS	—	良好	河北华清环境科技股份有限公司
水浴恒温振荡器	SHA-CA	—	良好	河北华清环境科技股份有限公司
电导率仪	MP513	1320020016071004	良好	河北华清环境科技股份有限公司
密度计	TM-85	—	良好	河北华清环境科技股份有限公司

电导率仪	FE38	12116547	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
玻璃沉降管	1000 ml	—	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
土壤筛	2 mm、0.6 mm、0.212 mm	—	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
离心机	LD-4	0617	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
洗筛	0.063 mm	—	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
粒度分析仪	FM0-0060	—	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
分析天平	AL104	1227100568	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
pH 计	PHS-25	601300N0017020401	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
密度计	0-60 g/L	MCDZ000019	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
恒温水槽	SSW-600-2S	9180	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
鼓风干燥箱	GZX-9030MBE	6339	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
可控温电热板	CT1461-35	055	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
振荡器	HY-2	17854	良好	河北省地矿局第四地质大队实验室
土壤密度计	TM-85	964	良好	河北省地矿局第十一地质大队实验室
全铝电热板	QL-3-4	17100001	良好	河北省地质实验测试中心
鼓风干燥箱	WGZ	—	良好	河北省地质实验测试中心
离心机	DD-5M	—	良好	河北省地质实验测试中心
水浴振荡器	HZS-H	—	良好	河北省地质实验测试中心
电子天秤	HZX-500	—	良好	河北省地质实验测试中心
电子天平	CP124S	21791077	合格	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
密度计	TM-85	241	合格	河北省区域地质矿产调查研究所实验室

表 1-3 参加验证单位试剂及溶剂情况登记表

名称	来源、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
过氧化氢	上海沃凯生物技术有限公司 500 ml	—	—	中国农业大学土壤与水科学系
六偏磷酸钠	上海沃凯生物技术有限公司 500 g	—	—	中国农业大学土壤与水科学系

双氧水	500 ml	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
六偏磷酸钠	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
无水碳酸钠	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
盐酸	1.18 g/ml	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
消泡剂	500 ml	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
氯化钙	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
硫酸铝	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
乙酸钠	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
乙酸	500 ml	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
连二亚硫酸钠	500 g	—	—	河北省地矿局第二地质大队实验室
过氧化氢	天津欧博凯化工有限公司， 分析纯	—	—	河北华清环境科技股份有限公司
六偏磷酸钠	天津市永大化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北华清环境科技股份有限公司
无水碳酸钠	天津欧博迪化工股份有限公司， 分析纯	—	—	河北华清环境科技股份有限公司
乙醇	天津市科密欧化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北华清环境科技股份有限公司
过氧化氢	南京化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
偏磷酸钠	天津市科米欧化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
无水碳酸钠	北京精求化工有限责任公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
氯化钙	南京化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
硫酸铝	汕头市西陇化工厂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
连二亚硫酸钠	天津市科米欧化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
乙酸钠	南京化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
乙酸	南京化学试剂有限公司， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
盐酸	北京化工厂， 分析纯	—	—	河北省地矿局第四地质大队实验室
过氧化氢	天津科密欧 500 ml	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室

六偏磷酸钠	天津永大 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
无水碳酸钠	天津大茂 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
盐酸	天津科密欧 500 ml	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
乙醇	天津科密欧 500 ml	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
氯化钙	天津永大 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
硫酸铝	天津大茂 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
连二亚硫酸钠	天津大茂 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
乙酸钠	天津永大 500 g	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
冰乙酸	天津科密欧 500 ml	—	—	河北省地矿局第十一地质大队实验室
盐酸	永飞化学试剂有限公司 3000 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
氨水	石家庄市华迪化工工贸有限公司 2500 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
氢氧化钠	天大化工试验厂 500 g	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
钙红	天津市大茂化学试剂厂 25 g	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
硝酸	永飞化学试剂有限公司 3000 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
硝酸银	—	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
30%过氧化氢	科密欧化学试剂有限公司 500 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
冰乙酸	天大化工试验厂 500 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
草酸铵	天津市福晨化学试剂厂 500 g	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
六偏磷酸钠	天津市福晨化学试剂厂 500 g	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
异戊醇	沈阳化学试剂厂 500 ml	分析纯	—	河北省地质实验测试中心
过氧化氢	天津天力化学试剂有限公司 500 ml	—	—	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
六偏磷酸钠	天津天力化学试剂有限公司 500 g	—	—	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
无水碳酸钠	天津大茂化学试剂厂 500 g	—	—	河北省区域地质矿产调查研究所实验室
盐酸	天津大茂化学试剂厂 2500 ml	—	—	河北省区域地质矿产调查研究所实验室

1.2 方法精密度测试原始数据

向 7 家实验室发放 3 种不同类型的土壤样品（张家口市的砂土、保定市的壤土、邯郸市的黏土），分别采用吸液管法和比重计法各进行 6 次样品平行测试，按照方法全程序测试计算标准偏差。各实验室精密度原始数据见表 1-4-1~1-5-7。

表 1-4-1 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：中国农业大学土壤与水科学系

测试日期：2017 年 10 月 27 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.4	0.9	42.9	46.2	9.6	
	2	0.2	0.9	41.2	49.7	8.0	
	3	0.4	1.0	41.4	49.7	7.5	
	4	0.2	0.9	45.6	44.3	9.0	
	5	0.3	1.0	43.0	47.5	8.3	
	6	0.2	1.0	42.2	47.8	8.8	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.3	1.0	42.7	47.5	8.5	
标准偏差 S_l (%)		0.1	0.1	1.6	2.1	0.8	
相对标准偏差 RSD_l (%)		35.1	5.8	3.7	4.4	8.8	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.1	0.3	10.0	77.0	12.6	
	2	0.1	0.3	9.2	77.8	12.6	
	3	0.1	0.3	8.5	79.2	12.0	
	4	0.1	0.2	8.6	79.6	11.4	
	5	0.2	0.3	8.6	78.9	12.1	
	6	0.1	0.3	9.9	76.9	12.7	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.1	0.3	9.1	78.2	12.2	
标准偏差 S_l (%)		0.1	0.1	0.7	1.2	0.5	
相对标准偏差 RSD_l (%)		35.0	14.4	7.4	1.5	4.1	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.3	1.6	73.5	24.4	
	2	0.3	0.3	1.9	73.9	23.6	
	3	0.4	0.3	1.7	74.5	23.1	
	4	0.2	0.3	1.9	74.1	23.5	
	5	0.3	0.3	2.3	72.9	24.2	
	6	0.3	0.3	2.1	73.4	24.0	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.3	0.3	1.9	73.7	23.8	
标准偏差 S_l (%)		0.1	0.1	0.3	0.6	0.5	
相对标准偏差 RSD_l (%)		21.1	0.01	13.4	0.77	2.0	

注：Pt₁-Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 1-4-2 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：河北省地矿局第二地质大队

实验室

测试日期：2018 年 02 月 05 日

平行号		样品 1					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	1.1	1.1	61.9	26.1	7.9	
	2	1.0	1.1	60.5	28.3	7.7	
	3	1.0	1.1	60.8	28.6	7.7	
	4	1.2	1.1	60.7	26.4	7.8	
	5	1.3	1.1	60.8	28.4	7.7	
	6	0.9	1.2	61.7	27.5	7.7	
平均值 \bar{x}_2 (%)		1.1	1.1	61.1	27.6	7.8	
标准偏差 S_2 (%)		0.2	0.1	0.6	1.1	0.1	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		13.6	3.7	0.95	3.9	1.1	
平行号		样品 2					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	0.8	0.2	26.3	60.3	11.0	
	2	0.5	0.2	28.4	56.5	11.0	
	3	0.9	0.3	30.9	55.4	10.6	
	4	0.6	0.2	27.6	60.3	11.2	
	5	0.7	0.2	26.4	59.6	11.5	
	6	0.9	0.2	29.8	58.1	11.3	
平均值 \bar{x}_2 (%)		0.7	0.2	28.2	58.4	11.1	
标准偏差 S_2 (%)		0.2	0.1	1.8	2.1	0.3	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		22.3	18.8	6.6	3.5	2.8	
平行号		样品 3					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	0.7	0.4	3.0	66.6	25.2	
	2	0.6	0.4	3.1	69.4	26.1	
	3	0.7	0.5	3.3	69.2	23.6	
	4	0.7	0.3	2.8	70.9	23.1	
	5	0.6	0.3	3.6	67.8	24.2	
	6	0.5	0.3	3.5	68.1	24.6	
平均值 \bar{x}_2 (%)		0.6	0.4	3.2	68.7	24.5	

标准偏差 S_2 (%)	0.1	0.1	0.3	1.5	1.1	
相对标准偏差 RSD_2 (%)	12.9	22.3	9.5	2.2	4.4	

注：Pt₁-Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 1-4-3 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：河北华清环境科技股份有限公司

测试日期：2018 年 01 月 27 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.5	1.4	69.8	19.7	8.6	
	2	0.5	1.8	67.1	24.2	6.4	
	3	0.9	1.2	68.7	24.5	4.6	
	4	0.8	1.2	71.4	22.2	4.4	
	5	0.9	1.0	70.4	24.4	3.3	
	6	0.8	1.4	69.8	25.1	2.9	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.7	1.3	69.5	23.4	5.0	
标准偏差 S_3 (%)		0.2	0.3	1.5	2.0	2.1	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		25.4	20.5	2.1	8.8	42.4	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.1	30.3	62.7	6.4	
	2	0.3	0.1	27.5	65.0	6.6	
	3	0.3	0.7	29.6	63.2	6.1	
	4	0.5	1.1	30.9	59.5	8.1	
	5	0.3	1.0	28.9	60.9	8.9	
	6	0.4	0.6	29.3	63.0	6.6	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.4	0.6	29.4	62.4	7.1	
标准偏差 S_3 (%)		0.1	0.4	1.2	1.9	1.1	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		23.9	71.5	4.0	3.1	15.7	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.4	7.9	65.3	26.1	
	2	0.5	0.3	4.9	66.0	28.3	
	3	0.5	0.3	3.0	68.4	27.8	
	4	0.5	0.3	3.3	68.4	27.5	
	5	0.6	0.2	5.8	70.2	23.2	

	6	0.6	0.2	5.9	67.1	26.1	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.5	0.3	5.1	67.6	26.5	
标准偏差 S_3 (%)		0.1	0.1	1.8	1.8	1.8	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		21.9	26.6	35.6	2.7	7.0	

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 1-4-4 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：河北省地矿局第四地质大队

实验室

测试日期：2018年01月22日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.6	1.6	44.0	43.9	9.9	
	2	0.7	1.5	42.7	45.2	9.8	
	3	0.5	1.7	41.9	45.6	10.2	
	4	0.7	1.7	42.2	44.8	10.6	
	5	0.5	1.7	43.8	44.1	9.9	
	6	0.6	1.6	44.5	43.8	9.5	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.6	1.6	43.2	44.6	10.0	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	1.1	0.7	0.4	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		14.9	5.0	2.5	1.7	3.8	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.3	12.2	75.3	11.9	
	2	0.3	0.4	11.9	75.7	11.7	
	3	0.3	0.5	12.2	75	11.9	
	4	0.3	0.5	11.8	75	12.4	
	5	0.4	0.5	11.7	75.9	11.5	
	6	0.2	0.4	11.7	76	11.7	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.3	0.4	11.9	75.5	11.8	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	0.2	0.4	0.3	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		21.1	18.8	1.9	0.59	2.6	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.6	0.4	1.8	72.6	24.6	
	2	0.6	0.4	1.6	71.8	25.5	
	3	0.5	0.4	1.6	72.5	24.9	

	4	0.5	0.5	1.5	71.4	26.1	
	5	0.6	0.4	1.6	71.8	25.6	
	6	0.4	0.3	1.6	71.7	25.9	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.5	0.4	1.6	72.0	25.4	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	0.1	0.5	0.6	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		15.3	15.8	6.1	0.66	2.3	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-4-5 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：河北省地矿局第十一地质大队实验室

测试日期：2018年02月03日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.2	0.2	11.3	83.7	4.6	
	2	0.2	0.2	10.9	83.5	4.4	
	3	0.2	0.2	11.5	83.9	4.3	
	4	0.2	0.3	11.0	83.2	4.7	
	5	0.2	0.2	10.9	83.2	4.2	
	6	0.2	0.2	11.1	82.8	4.3	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.2	0.2	11.1	83.4	4.4	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.2	0.4	0.2	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		0.01	18.8	2.2	0.48	4.4	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.5	1.0	34.0	61.4	3.1	
	2	0.5	1.0	33.8	61.4	3.3	
	3	0.6	0.9	33.2	62.1	3.2	
	4	0.5	1.0	34.2	61.4	2.9	
	5	0.5	1.1	33.5	62.1	2.8	
	6	0.5	1.0	34.6	60.9	3.0	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.5	1.0	33.9	61.6	3.0	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.5	0.5	0.2	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		7.9	6.3	1.5	0.76	6.1	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果	1	0.3	0.2	4.7	85.5	9.3	

(%)	2	0.2	0.3	5.2	84.2	10.1	
	3	0.2	0.3	5.0	84.6	9.9	
	4	0.2	0.3	4.6	84.9	10.0	
	5	0.3	0.2	4.8	85.1	9.6	
	6	0.2	0.2	4.9	85.2	9.5	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.2	0.2	4.9	84.9	9.7	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.2	0.5	0.3	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		22.1	21.9	4.4	0.54	3.2	
注: Pt_1 - Pt_5 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-4-6 精密度测试数据 (吸液管法)

验证单位: 河北省地质实验测试中心

测试日期: 2018 年 02 月 03 日

平行号		样品 1					
		Pt_1	Pt_2	Pt_3	Pt_4	Pt_5	备注
测定结果 (%)	1	0.6	3.7	62.9	24.4	8.3	
	2	0.6	3.0	61.6	27.1	7.7	
	3	0.7	2.8	62.1	25.8	8.6	
	4	0.7	3.5	62.8	24.3	8.8	
	5	0.7	3.6	59.9	26.6	9.2	
	6	0.5	3.7	63.8	23.8	8.1	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.6	3.4	62.2	25.3	8.4	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.4	1.4	1.4	0.5	
相对标准偏差 RSD_6		12.9	11.4	2.2	5.4	6.3	
平行号		样品 2					
		Pt_1	Pt_2	Pt_3	Pt_4	Pt_5	备注
测定结果 (%)	1	0.1	0.3	17.6	71.9	10.1	
	2	0.1	0.4	20.1	69.7	9.7	
	3	0.1	0.4	19.9	70.0	9.5	
	4	0.1	0.3	18.7	71.0	9.9	
	5	0.2	0.5	19.0	69.2	11.2	
	6	0.1	0.5	19.2	69.7	10.5	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.1	0.4	19.1	70.3	10.2	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.1	0.9	1.0	0.6	
相对标准偏差 RSD_6		35.0	22.4	4.7	1.4	6.1	
平行号		样品 3					
		Pt_1	Pt_2	Pt_3	Pt_4	Pt_5	备注

测定结果 (%)	1	0.4	0.2	2.3	74.8	22.3	
	2	0.4	0.2	2.4	74.5	22.5	
	3	0.4	0.2	2.4	75.6	21.4	
	4	0.5	0.2	2.6	74.3	22.3	
	5	0.5	0.2	2.5	72.9	23.8	
	6	0.4	0.2	2.5	74.5	22.3	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.4	0.2	2.4	74.4	22.4	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.1	0.1	0.9	0.8	
相对标准偏差 RSD_6		11.9	0.01	4.3	1.2	3.4	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-4-7 精密度测试数据（吸液管法）

验证单位：河北省区域地质矿产调查研究所
实验室

测试日期：2018 年 02 月 01 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.4	1.3	50.3	30.7	17.4	
	2	0.5	1.5	47.0	33.0	18.0	
	3	0.4	1.5	50.3	29.3	18.6	
	4	0.5	1.3	51.9	29.6	16.7	
	5	0.6	1.5	50.1	30.1	17.7	
	6	0.5	1.2	48.9	33.4	15.9	
平均值 \bar{x}_7 (%)		0.5	1.4	49.8	31.0	17.4	
标准偏差 S_7 (%)		0.1	0.1	1.6	1.8	1.0	
相对标准偏差 RSD_7 (%)		15.6	9.6	3.3	5.7	5.5	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.1	0.4	15.0	63.4	21.1	
	2	0.1	0.4	15.5	63.5	20.5	
	3	0.1	0.5	14.8	63.2	21.4	
	4	0.1	0.4	18.9	60.6	20.0	
	5	0.1	0.4	17.6	62.2	19.7	
	6	0.1	0.5	13.5	65.1	20.9	
平均值 \bar{x}_7 (%)		0.1	0.4	15.9	63.0	20.6	
标准偏差 S_7 (%)		0.1	0.1	2.0	1.5	0.7	
相对标准偏差 RSD_7 (%)		0.01	11.9	12.5	2.4	3.2	

平行号		样品 3					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	0.2	0.2	1.4	65.3	32.9	
	2	0.3	0.2	1.6	65.6	32.4	
	3	0.2	0.2	1.7	65.7	32.1	
	4	0.2	0.2	1.5	64.8	33.4	
	5	0.2	0.2	1.4	65.5	32.8	
	6	0.1	0.2	1.7	65.6	32.4	
平均值 (%)		0.2	0.2	1.6	65.4	32.7	
标准偏差 S_7 (%)		0.1	0.1	0.1	0.3	0.5	
相对标准偏差 RSD_7 (%)		31.6	0.01	8.9	0.51	1.4	

注：Pt₁-Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 1-5-1 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：中国农业大学土壤与水科学系

测试日期：2017 年 10 月 27 日

平行号		样品 1					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	0.4	0.9	42.9	45.6	10.3	
	2	0.2	0.9	41.2	47.3	10.4	
	3	0.4	1.0	41.4	47.4	9.8	
	4	0.2	0.9	45.6	43.7	9.6	
	5	0.3	1.0	43.0	45.9	9.9	
	6	0.2	1.0	42.2	46.8	9.9	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.3	1.0	42.7	46.1	10.0	
标准偏差 S_l (%)		0.1	0.1	1.6	1.4	0.3	
相对标准偏差 RSD_l (%)		34.7	5.8	3.7	3.0	3.1	
平行号		样品 2					备注
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	
测定结果 (%)	1	0.1	0.3	10.0	74.3	15.4	
	2	0.1	0.3	9.2	75.7	14.8	
	3	0.1	0.3	8.5	76.4	14.7	
	4	0.1	0.2	8.6	78.4	12.6	
	5	0.2	0.3	8.6	75.8	15.1	
	6	0.1	0.3	9.9	74.7	14.9	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.1	0.3	9.1	75.9	14.6	

标准偏差 S_I (%)		0.1	0.1	0.7	1.4	1.0	
相对标准偏差 RSD_I (%)		35.0	14.4	7.4	1.9	6.9	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.3	1.6	73.1	24.8	
	2	0.3	0.3	1.9	72.6	24.8	
	3	0.4	0.3	1.7	73.8	23.8	
	4	0.2	0.3	1.9	72.9	24.7	
	5	0.3	0.3	2.3	72.5	24.6	
	6	0.3	0.3	2.1	73.7	23.6	
平均值 \bar{x}_1 (%)		0.3	0.3	1.9	73.1	24.4	
标准偏差 S_I (%)		0.1	0.1	0.3	0.6	0.5	
相对标准偏差 RSD_I (%)		21.1	0.01	13.4	0.75	2.2	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-2 精密度测试数据 (比重计法)

验证单位：河北省地矿局第二地质大队

实验室

测试日期：2018 年 02 月 05 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	1.1	1.1	61.9	29.8	8.6	
	2	1.0	1.1	60.5	29.8	10.3	
	3	1.0	1.1	60.8	31.5	8.6	
	4	1.2	1.1	60.7	29.8	8.6	
	5	1.3	1.1	60.8	31.5	10.3	
	6	0.9	1.2	61.7	29.8	10.3	
平均值 \bar{x}_2 (%)		1.1	1.1	61.1	30.4	9.4	
标准偏差 S_2 (%)		0.2	0.1	0.6	0.9	0.9	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		13.6	3.7	0.95	2.9	9.8	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.8	0.2	26.3	61.0	13.2	
	2	0.5	0.2	28.4	64.3	13.2	
	3	0.9	0.3	30.9	62.6	14.8	
	4	0.6	0.2	27.6	65.9	13.2	
	5	0.7	0.2	26.4	62.6	13.2	

	6	0.9	0.2	29.8	62.6	13.2	
平均值 \bar{x}_2 (%)		0.7	0.2	28.2	63.2	13.5	
标准偏差 S_2 (%)		0.2	0.1	1.8	1.7	0.6	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		22.3	18.8	6.6	2.7	4.8	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.7	0.4	3.0	68.9	19.7	
	2	0.6	0.4	3.1	68.9	23.0	
	3	0.7	0.5	3.3	65.6	23.0	
	4	0.7	0.3	2.8	67.2	21.3	
	5	0.6	0.3	3.6	68.9	21.3	
	6	0.5	0.3	3.5	67.2	23.0	
平均值 \bar{x}_2 (%)		0.6	0.4	3.2	67.8	21.9	
标准偏差 S_2 (%)		0.1	0.1	0.3	1.4	1.4	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		12.9	22.3	9.5	2.0	6.2	
注：Pt ₁ - Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-3 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：河北华清环境科技股份有限公司

测试日期：2018 年 01 月 27 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.4	1.2	59.3	33.7	5.4	
	2	0.6	1.3	65.3	28.3	4.5	
	3	0.6	1.3	63.4	30.1	4.5	
	4	0.5	1.7	64.2	29.5	4.1	
	5	0.6	1.4	64.5	29.4	4.1	
	6	0.6	1.2	65.6	29.0	3.6	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.6	1.4	63.7	30.0	4.4	
标准偏差 S_3 (%)		0.1	0.2	2.3	1.9	0.6	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		15.2	13.9	3.6	6.4	13.9	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.2	0.2	31.2	58.6	9.8	
	2	0.2	0.2	30.5	56.3	10.7	
	3	0.4	0.1	24.8	59.2	8.9	

	4	0.4	0.2	32.9	61.1	10.1	
	5	0.4	0.2	29.3	60.8	9.5	
	6	0.4	0.1	28.0	60.4	10.0	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.3	0.2	29.4	59.4	9.8	
标准偏差 S_3 (%)		0.1	0.1	2.8	1.8	0.6	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		31.0	31.0	9.6	3.0	6.2	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.4	0.1	9.7	67.9	21.9	
	2	0.4	0.2	12.4	64.7	22.3	
	3	0.3	0.3	8.4	65.8	25.2	
	4	0.4	0.3	6.9	65.4	26.9	
	5	0.3	0.2	7.4	68.5	23.6	
	6	0.4	0.3	10.1	64.1	25.1	
平均值 \bar{x}_3 (%)		0.4	0.2	9.2	66.1	24.2	
标准偏差 S_3 (%)		0.1	0.1	2.0	1.8	1.9	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		14.1	35.0	22.1	2.7	7.9	
注：Pt ₁ - Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-4 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：河北省地矿局第四地质大队
实验室

测试日期：2018 年 01 月 22 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.6	1.6	44.0	43.7	10.1	
	2	0.7	1.5	42.7	45.2	9.9	
	3	0.5	1.7	41.9	45.2	10.6	
	4	0.7	1.7	42.2	46.6	8.8	
	5	0.5	1.7	43.8	43.9	10.1	
	6	0.6	1.6	44.5	44.6	8.7	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.6	1.6	43.2	44.9	9.7	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	1.1	1.1	0.8	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		14.9	5.0	2.5	2.4	8.0	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果	1	0.3	0.3	12.2	75.9	11.4	

(%)	2	0.3	0.4	11.9	76.4	11.0	
	3	0.3	0.5	12.2	74.9	12.0	
	4	0.3	0.5	11.8	73.5	13.9	
	5	0.4	0.5	11.7	72.8	14.6	
	6	0.2	0.4	11.7	74.3	13.3	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.3	0.4	11.9	74.6	12.7	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	0.2	1.4	1.4	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		21.1	18.8	1.9	1.8	11.4	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.6	0.4	1.8	71.7	25.5	
	2	0.6	0.4	1.6	69.8	27.5	
	3	0.5	0.4	1.6	71.1	26.4	
	4	0.5	0.5	1.5	69.3	28.2	
	5	0.6	0.4	1.6	69.7	27.6	
	6	0.4	0.3	1.6	70.6	27.0	
平均值 \bar{x}_4 (%)		0.5	0.4	1.6	70.4	27.0	
标准偏差 S_4 (%)		0.1	0.1	0.1	0.9	1.0	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		15.3	15.8	6.1	1.3	3.6	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-5 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：河北省地矿局第十一地质大队实验室

测试日期：2018 年 02 月 03 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.2	0.2	12.5	83.3	3.8	
	2	0.2	0.3	12.3	83.5	3.7	
	3	0.2	0.3	11.9	84.0	3.6	
	4	0.2	0.3	12.4	83.3	3.8	
	5	0.2	0.2	12.3	83.4	3.9	
	6	0.2	0.2	12.7	82.9	4.0	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.2	0.3	12.4	83.4	3.8	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.3	0.4	0.1	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		0.01	21.9	2.2	0.43	3.7	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注

测定结果 (%)	1	0.5	1.1	32.9	61.7	3.8	
	2	0.5	1.3	33.1	61.2	3.9	
	3	0.5	1.2	33.7	60.4	4.2	
	4	0.6	1.2	32.8	61.4	4.0	
	5	0.6	1.1	32.5	61.8	4.0	
	6	0.5	1.1	32.1	62.4	3.9	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.5	1.2	32.8	61.5	4.0	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.5	0.7	0.1	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		9.7	7.0	1.6	1.1	3.4	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.2	5.5	85.2	8.8	
	2	0.2	0.3	5.9	85.3	8.3	
	3	0.2	0.2	5.8	85.4	8.4	
	4	0.3	0.3	5.3	86.5	7.6	
	5	0.3	0.2	5.6	86.6	7.3	
	6	0.2	0.2	5.7	86.4	7.5	
平均值 \bar{x}_5 (%)		0.2	0.2	5.6	85.9	8.0	
标准偏差 S_5 (%)		0.1	0.1	0.2	0.7	0.6	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		21.9	22.1	3.8	0.77	7.5	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-6 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：河北省地质实验测试中心

测试日期：2018 年 02 月 03 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.9	1.6	43.5	41.3	12.8	
	2	0.7	1.6	43.8	38.6	15.3	
	3	0.6	1.6	43.7	43.0	11.2	
	4	0.9	1.8	45.6	39.1	12.6	
	5	0.7	1.7	46.3	38.2	13.1	
	6	0.9	1.8	45.5	39.0	12.8	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.8	1.7	44.7	39.9	13.0	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.1	1.2	1.9	1.3	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		17.0	5.8	2.7	4.7	10.2	
平行号		样品 2					

		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.2	0.3	10.5	69.6	19.3	
	2	0.4	0.3	9.5	70.5	19.3	
	3	0.2	0.3	10.9	68.3	20.3	
	4	0.3	0.3	12.5	67.3	19.6	
	5	0.2	0.5	13.6	66.1	19.6	
	6	0.3	0.5	10.2	68.9	20.1	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.3	0.4	11.2	68.5	19.7	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.1	1.5	1.6	0.4	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		30.6	28.2	13.8	2.3	2.1	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.5	0.2	2.0	66.8	30.5	
	2	0.4	0.3	1.8	69.1	28.4	
	3	0.4	0.3	1.7	68.3	29.4	
	4	0.4	0.2	2.4	67.5	29.5	
	5	0.4	0.2	2.4	68.6	28.4	
	6	0.5	0.3	2.6	66.6	30.1	
平均值 \bar{x}_6 (%)		0.4	0.2	2.2	67.8	29.4	
标准偏差 S_6 (%)		0.1	0.1	0.4	1.0	0.9	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		11.9	21.9	17.1	1.5	2.9	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

表 1-5-7 精密度测试数据（比重计法）

验证单位：河北省区域地质矿产调查研究所
实验室

测试日期：2018 年 02 月 03 日

平行号		样品 1					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.9	47.3	29.8	11.9	
	2	0.2	1.0	45.2	28.8	10.9	
	3	0.4	1.2	47.1	28.8	11.9	
	4	0.3	1.2	43.7	31.78	9.9	
	5	0.3	1.3	46.7	27.8	8.9	
	6	0.3	1.2	43.9	26.8	9.9	
平均值 \bar{x}_7 (%)		0.3	1.1	45.6	29.0	10.6	
标准偏差 S_7 (%)		0.1	0.2	1.6	1.7	1.2	

相对标准偏差 RSD ₇ (%)		21.1	13.3	3.5	5.9	11.5	
平行号		样品 2					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.1	0.3	12.6	56.6	11.9	
	2	0.1	0.4	19.9	54.6	11.9	
	3	0.0	0.4	16.9	53.6	10.9	
	4	0.1	0.3	18.2	51.6	9.9	
	5	0.0	0.3	19.1	54.6	9.9	
	6	0.0	0.3	16.4	54.6	11.9	
平均值 \bar{x}_7 (%)		0.1	0.3	17.2	54.3	11.1	
标准偏差 S ₇ (%)		0.1	0.1	2.6	1.6	1.0	
相对标准偏差 RSD ₇ (%)		100	15.5	15.1	3.0	8.9	
平行号		样品 3					
		Pt ₁	Pt ₂	Pt ₃	Pt ₄	Pt ₅	备注
测定结果 (%)	1	0.3	0.3	2.0	59.6	21.8	
	2	0.2	0.2	1.7	58.6	22.8	
	3	0.3	0.2	2.2	59.6	21.8	
	4	0.2	0.2	1.6	57.6	24.8	
	5	0.3	0.2	1.5	57.6	23.8	
	6	0.3	0.2	1.5	55.6	24.8	
平均值 \bar{x}_7 (%)		0.3	0.2	1.8	58.1	23.3	
标准偏差 S ₇ (%)		0.1	0.1	0.3	1.5	1.4	
相对标准偏差 RSD ₇ (%)		19.4	18.8	16.5	2.6	5.9	
注：Pt ₁ -Pt ₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。							

2 方法验证数据汇总

对 7 家实验室方法验证结果中的精密度进行统计，其结果见表 2-1~2-6。

表 2-1 实验室间精密度测试数据汇总表（吸液管法）

样品 1	实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)	
	1	2	3	4	5	6	7						
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.3	1.1	0.7	0.6	0.2	0.6	0.5	0.6	0.3	51.2	0.3	0.9
	S _i (%)	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	35.1	13.6	25.4	14.9	0.01	12.9	15.6					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	1.0	1.1	1.3	1.6	0.2	3.4	1.4	1.4	1.0	68.4	0.6	2.8
	S _i (%)	0.1	0.1	0.3	0.1	0.1	0.4	0.1					
	RSD _i (%)	5.8	3.7	20.3	5.0	18.8	11.4	9.6					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	42.7	61.1	69.5	43.2	11.1	62.2	49.8	48.5	19.4	39.9	3.5	54.3
	S _i (%)	1.6	0.6	1.5	1.1	0.2	1.4	1.6					
	RSD _i (%)	3.7	0.95	2.1	2.5	2.2	2.2	3.3					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	47.5	27.6	23.4	44.6	83.4	25.3	31.0	40.4	21.2	52.4	4.2	59.4
	S _i (%)	2.1	1.1	2.0	0.7	0.4	1.4	1.8					
	RSD _i (%)	4.4	3.9	8.8	1.7	0.48	5.4	5.7					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	8.5	7.8	5.0	10.0	4.4	8.5	17.4	8.8	4.3	48.7	2.7	12.3
	S _i (%)	0.8	0.1	2.1	0.4	0.2	0.5	1.0					
	RSD _i (%)	8.8	1.1	42.4	3.8	4.4	6.3	5.5					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 2-2 实验室间精密度测试数据汇总表（吸液管法）

样品 2		实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)
		1	2	3	4	5	6	7					
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.1	0.7	0.4	0.3	0.5	0.1	0.1	0.3	0.2	74.5	0.3	0.7
	S _i (%)	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	35.0	22.3	23.9	21.1	7.9	35.0	0.01					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	0.3	0.2	0.6	0.4	1.0	0.4	0.4	0.5	0.3	55.7	0.5	0.9
	S _i (%)	0.1	0.1	0.4	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	1.4	18.8	71.5	18.8	6.3	22.4	11.9					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	9.1	28.2	29.4	11.9	33.9	19.1	15.9	21.1	9.5	45.1	3.4	26.8
	S _i (%)	0.7	1.8	1.2	0.2	0.5	0.9	2.0					
	RSD _i (%)	7.4	6.6	4.0	1.9	1.5	4.7	12.5					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	78.2	58.4	62.4	75.5	61.6	70.3	63.0	67.1	7.6	11.4	3.8	21.6
	S _i (%)	1.2	2.1	1.9	0.4	0.5	1.0	1.5					
	RSD _i (%)	1.5	3.5	3.1	0.59	0.76	1.4	2.4					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	12.2	11.1	7.1	11.8	3.1	10.2	20.6	10.9	5.4	49.3	1.7	15.1
	S _i (%)	0.5	0.3	1.1	0.3	0.2	0.6	0.7					
	RSD _i (%)	4.1	2.8	15.7	2.6	6.1	6.1	3.2					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 2-3 实验室间精密度测试数据汇总表（吸液管法）

样品 3		实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)
		1	2	3	4	5	6	7					
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.3	0.6	0.5	0.5	0.2	0.4	0.2	0.4	0.2	40.8	0.3	0.5
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	21.1	12.9	21.9	15.3	22.1	11.9	31.6					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	0.3	0.4	0.3	0.4	0.2	0.2	0.2	0.3	0.1	31.5	0.3	0.4
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	0.01	22.3	26.6	15.8	21.9	0.01	0.01					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	1.9	3.2	5.1	1.6	4.9	2.4	1.6	3.0	1.5	50.8	2.0	4.5
	S _i (%)	0.3	0.3	1.8	0.1	0.2	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	13.4	9.5	35.6	6.1	4.4	4.3	8.9					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	73.7	68.7	67.6	72.0	84.9	74.4	65.4	72.4	6.4	8.9	2.8	18.2
	S _i (%)	0.6	1.5	1.8	0.5	0.5	0.9	0.3					
	RSD _i (%)	0.77	2.2	2.7	0.66	0.54	1.2	0.51					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	23.8	24.5	26.5	25.4	9.7	22.4	32.7	23.6	7.0	29.5	2.6	19.6
	S _i (%)	0.5	1.1	1.8	0.6	0.3	0.8	0.5					
	RSD _i (%)	2.0	4.4	7.0	2.3	3.2	3.4	1.4					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 2-4 实验室间精密度测试数据汇总表（比重计法）

样品 1		实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)
		1	2	3	4	5	6	7					
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.3	1.1	0.6	0.6	0.2	0.8	0.3	0.6	0.3	57.6	0.3	0.9
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	34.7	13.6	15.2	14.9	0	17.0	21.1					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	1.0	1.1	1.4	1.6	0.3	1.7	1.2	1.2	0.5	39.4	0.3	1.3
	S _i (%)	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	5.8	3.7	13.9	5.0	21.9	5.8	13.3					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	42.7	61.1	63.7	43.2	12.4	44.7	45.6	44.8	16.7	37.4	3.9	47.0
	S _i (%)	1.6	0.6	2.3	1.1	0.3	1.2	1.6					
	RSD _i (%)	3.7	0.95	3.6	2.5	2.2	2.7	3.5					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	46.1	30.4	30.0	44.9	83.4	39.9	29.0	43.4	19.1	43.9	4.0	53.5
	S _i (%)	1.4	0.9	1.9	1.1	0.4	1.9	1.7					
	RSD _i (%)	3.0	2.9	6.4	2.4	0.43	4.7	5.9					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	10.0	9.5	4.4	9.7	3.8	13.0	10.6	8.7	3.4	38.6	2.4	9.7
	S _i (%)	0.3	0.9	0.6	0.8	0.1	1.3	1.2					
	RSD _i (%)	3.1	9.8	13.9	8.0	3.7	10.2	11.5					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 2-5 实验室间精密度测试数据汇总表（比重计法）

样品 2		实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)
		1	2	3	4	5	6	7					
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.1	0.7	0.3	0.3	0.5	0.3	0.1	0.3	0.2	65.1	0.3	0.7
	S _i (%)	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	35.0	22.3	31.0	21.1	9.7	30.6	100					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	0.3	0.2	0.2	0.4	1.2	0.4	0.3	0.4	0.3	81.6	0.3	1.0
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	14.4	18.8	31.0	18.8	7.0	28.2	15.5					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	9.1	28.2	29.4	11.9	32.8	11.2	17.2	20.0	9.9	49.6	4.8	28.1
	S _i (%)	0.7	1.8	2.8	0.2	0.5	1.5	2.6					
	RSD _i (%)	7.4	6.6	9.6	1.9	1.6	13.8	15.1					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	75.9	63.2	59.4	74.6	61.5	68.5	54.3	65.3	8.0	12.2	4.2	22.7
	S _i (%)	1.5	1.7	1.8	1.4	0.7	1.6	1.6					
	RSD _i (%)	1.9	2.7	3.0	1.8	1.1	2.3	3.0					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	14.6	13.5	9.8	12.7	4.0	19.7	11.1	12.2	4.8	39.3	2.3	13.6
	S _i (%)	1.0	0.6	0.6	1.4	0.1	0.4	1.0					
	RSD _i (%)	6.9	4.8	6.2	11.4	3.4	2.1	8.9					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

表 2-6 实验室间精密度测试数据汇总表（比重计法）

样品 3		实验室号							\bar{x} (%)	S' (%)	RSD' (%)	重复性限 r (%)	再现性限 R (%)
		1	2	3	4	5	6	7					
Pt ₁	\bar{x}_i (%)	0.3	0.6	0.4	0.5	0.2	0.4	0.3	0.4	0.1	34.9	0.3	0.5
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	21.1	12.9	14.1	15.3	21.9	11.9	19.4					
Pt ₂	\bar{x}_i (%)	0.3	0.4	0.2	0.4	0.2	0.2	0.2	0.3	0.1	35.0	0.3	0.4
	S _i (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1					
	RSD _i (%)	0.01	22.3	35.0	15.8	22.1	21.9	18.8					
Pt ₃	\bar{x}_i (%)	1.9	3.2	9.2	1.6	5.6	2.2	1.8	3.6	2.8	77.3	2.2	8.1
	S _i (%)	0.3	0.3	2.0	0.1	0.2	0.4	0.3					
	RSD _i (%)	13.4	9.5	22.1	6.1	3.8	17.1	16.5					
Pt ₄	\bar{x}_i (%)	73.1	67.8	66.1	70.4	85.9	67.8	58.1	69.9	8.5	12.1	3.4	23.9
	S _i (%)	0.6	1.4	1.8	0.9	0.7	1.0	1.5					
	RSD _i (%)	0.75	2.0	2.7	1.3	0.77	1.5	2.6					
Pt ₅	\bar{x}_i (%)	24.4	21.9	24.2	27.0	8.0	29.4	23.3	22.6	6.9	30.5	3.3	19.6
	S _i (%)	0.5	1.4	1.9	1.0	0.6	0.9	1.4					
	RSD _i (%)	2.2	6.2	7.9	3.6	7.5	2.9	5.9					

注：Pt₁- Pt₅ 分别代表粒径为 2-0.6、0.6-0.212、0.212-0.063、0.063-0.002、<0.002 mm 的粒子质量百分比。

选择 7 家实验室每组平行测定中的最大值和最小值，计算其绝对偏差并进行统计，结果详见表 2-7。

表 2-7 实验室间精密度测试数据汇总表（绝对偏差最大值）

吸液管法绝对偏差最大值（%）										
粒径		实验室号							最小值（%）	最大值（%）
		1	2	3	4	5	6	7		
样品 1	2.000-0.063 mm	2.2	0.7	2.0	1.3	0.3	1.9	2.4	0.3	2.4
	0.063-0.002 mm	2.7	1.3	2.7	0.9	0.6	1.7	2.1	0.6	2.7
	<0.002 mm	1.1	0.1	2.9	0.6	0.3	0.8	1.4	0.1	2.9
样品 2	2.000-0.063 mm	0.8	2.4	2.3	0.4	0.7	1.3	2.7	0.4	2.7
	0.063-0.002 mm	1.3	2.5	2.8	0.5	0.6	1.4	2.3	0.5	2.8
	<0.002 mm	0.6	0.5	1.4	0.5	0.3	0.9	0.9	0.3	1.4
样品 3	2.000-0.063 mm	0.4	0.4	2.4	0.3	0.3	0.2	0.2	0.2	2.4
	0.063-0.002 mm	0.8	2.2	2.5	0.6	0.6	1.3	0.5	0.5	2.5
	<0.002 mm	0.6	1.5	2.6	0.8	0.4	1.2	0.6	0.4	2.6
比重计法绝对偏差最大值（%）										
粒径		实验室号							最小值（%）	最大值（%）
		1	2	3	4	5	6	7		
样品 1	2.000-0.063 mm	2.2	0.7	3.3	1.3	0.4	1.4	1.8	0.4	2.2
	0.063-0.002 mm	1.9	0.9	2.7	1.5	0.5	2.4	2.5	0.5	2.7
	<0.002 mm	0.4	0.9	0.9	1.0	0.2	2.1	1.5	0.2	2.1
样品 2	2.000-0.063 mm	0.8	2.4	4.1	0.4	0.9	2.1	3.7	0.4	4.1
	0.063-0.002 mm	2.1	2.5	2.4	1.8	1.0	2.2	2.5	1.0	2.5
	<0.002 mm	1.4	0.8	0.9	1.8	0.2	0.5	1.0	0.2	1.8
样品 3	2.000-0.063 mm	0.4	0.4	2.7	0.3	0.3	0.5	0.4	0.3	2.7
	0.063-0.002 mm	0.6	1.7	2.2	1.2	0.7	1.3	2.0	0.6	2.2
	<0.002 mm	0.6	1.7	2.5	1.4	0.8	1.1	1.5	0.6	2.5

3 方法验证结论

本课题组在进行方法验证报告数据统计时，未对数据进行舍弃，全部采用。

实验室验证结果表明：

(1) 7家实验室采用吸液管法，重复测定 ($n=6$) 3种不同类型(砂土、壤土、黏土)的土样粒度，各级颗粒测定结果如下：

粒径在 2~0.6 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 0.6%、0.3%、0.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.01%~35%、0.01%~35%、12%~32%，实验室间相对标准偏差分别为 51%、74%、41%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 0.9%、0.7%、0.5%；

粒径在 0.6~0.212 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 1.4%、0.5%、0.3%，实验室内相对标准偏差分别为 3.7%~20%、1.4%~72%、0.01%~27%，实验室间相对标准偏差分别为 68%、56%、32%，重复性限为 0.6%、0.5%、0.3%，再现性限为 2.8%、0.9%、0.4%；

粒径在 0.212~0.063 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 48.5%、21.1%、3.0%，实验室内相对标准偏差分别为 0.95%~3.7%、1.5%~12%、4.3%~36%，实验室间相对标准偏差分别为 40%、45%、51%，重复性限为 3.5%、3.4%、2.0%，再现性限为 54.3%、26.8%、4.5%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 40.4%、67.1%、72.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.48%~8.8%、0.59%~3.5%、0.51%~2.7%，实验室间相对标准偏差分别为 52%、11%、8.9%，重复性限为 4.2%、3.8%、2.8%，再现性限为 59.4%、21.6%、18.2%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 8.8%、10.9%、23.6%，实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~42%、2.6%~16%、1.4%~7.0%，实验室间相对标准偏差分别为 49%、49%、30%，重复性限为 2.7%、1.7%、2.6%，再现性限为 12.3%、15.1%、19.6%。

粒径在 2~0.063 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.2%，最大值为 2.7%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.5%，最大值为 2.8%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.1%，最大值为 2.9%。

(2) 7家实验室采用比重计法，重复测定 ($n=6$) 3种不同类型(砂土、壤土、黏土)的土样粒度，各级颗粒测定结果如下：

粒径在 2~0.6 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 0.6%、0.3%、0.4%，实验室内相对标准偏差分别为 0.01%~35%、9.7%~100%、12%~21%，实验室间相对标准偏差分别为 58%、65%、35%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 0.9%、0.7%、0.5%；

粒径在 0.6~0.212 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 1.2%、0.4%、0.3%，实验室内相对标准偏差分别为 3.7%~22%、7.0%~31%、0.01%~35%，实验室间相对标准偏差分别为 39%、82%、35%，重复性限为 0.3%、0.3%、0.3%，再现性限为 1.3%、1.0%、0.4%；

粒径在 0.212~0.063 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 44.8%、20.0%、3.6%，实验室内相对标准偏差分别为 0.95%~3.7%、1.6%~15%、3.8%~22%，实验室间相对标准偏差分别为 37%、50%、77%，重复性限为 3.9%、4.8%、2.2%，再现性限为 47.0%、28.1%、8.1%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 43.4%、65.3%、69.9%，实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~6.4%、1.1%~3.0%、0.75%~2.7%，实验室间相对标准偏差分别为 44%、12%、12%，重复性限为 4.0%、4.2%、3.4%，再现性限为 53.5%、22.7%、23.9%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒所占比重平均值分别为 8.7%、12.2%、22.6%，实验室内相对标准偏差分别为 3.1%~14%、2.1%~11%、2.2%~7.9%，实验室间相对标准偏差分别为 39%、39%、30%，重复性限为 2.4%、2.3%、3.3%，再现性限为 9.7%、13.6%、19.6%。

粒径在 2~0.063 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.3%，最大值为 4.1%；

粒径在 0.063~0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.5%，最大值为 2.7%；

粒径<0.002 mm 的土壤颗粒绝对偏差最小值为 0.2%，最大值为 2.5%。

(3) 吸液管法及比重计法都具有较好的重复性和再现性，方法各项特性指标达到预期要求。