|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 13.080 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png |   B65 |

     团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

土壤质量 土壤全量硅、铝、铁、钾、钠、钙、镁、锰、磷、钛、硫的测定单波长激发-能量色散X射线荧光光谱法

Soil quality-Determination of total silicon,aluminum,iron,potassium,sodium,calcium,magnesium,manganese,phosphorus,titanium and sulfur -Monochromatic excitation energy dispersion X-ray fluorescence spectrometry

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

       发布

目次

[前言 II](#_Toc124409534)

[1 范围 3](#_Toc124409535)

[2 规范性引用文件 3](#_Toc124409536)

[3 术语和定义 3](#_Toc124409537)

[4 方法原理 3](#_Toc124409538)

[5 干扰和消除 3](#_Toc124409539)

[6 试剂和材料 3](#_Toc124409540)

[7 仪器和设备 3](#_Toc124409541)

[8 样品 4](#_Toc124409542)

[9 分析步骤 4](#_Toc124409543)

[10 结果计算与表示 4](#_Toc124409544)

[11 精密度和准确度 5](#_Toc124409545)

[12 质量保证和控制 5](#_Toc124409546)

[13 注意事项 5](#_Toc124409547)

[附录A （资料性） 方法检出限和定量限 7](#_Toc124409548)

[附录B （资料性） 单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪仪器条件 8](#_Toc124409549)

[附录C （资料性） 各元素含量范围 9](#_Toc124409550)

[附录D （资料性） 方法精密度和准确性汇总 10](#_Toc124409551)

1. 前言

本文件按照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。

本文件由江苏省环境科学学会提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所、江苏省地质调查研究院、江苏省地质勘查技术院、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、生态环境南京环境科学研究所、江苏省地质矿产局第三地质大队、南京大学现代分析中心、水利部交通运输部国家能源局南京水利科学研究院、浙江省生态环境监测中心、江苏省环境工程技术有限公司、国检测试控股集团江苏京城检测有限公司、北京安科慧生科技有限公司。

本文件主要起草人：龚华、刘晓静、张孟群、朱睿、常青、王笑笑、孟攀攀、季海冰、张斌、毛雪飞、赵欣、焦龙进、陈求稳、邹丽。

本文件为首次发布。

土壤质量 土壤全量硅、铝、铁、钾、钠、钙、镁、锰、磷、钛、硫的测定

单波长激发-能量色散X射线荧光光谱法

* 1. 范围

本文件规定了测定土壤中全量硅（Si）、铝（Al）、铁（Fe）、钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、锰（Mn）、磷（P）、钛（Ti）、硫（S）元素的单波长激发-能量色散X射线荧光光谱法。

本文件适用于土壤中的硅（Si）、铝（Al）、铁（Fe）、钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、锰（Mn）、磷（P）、钛（Ti）、硫（S）元素的全量测定。

本文件在推荐的各元素特征谱线和测量条件下，方法检出限及定量限参见附录A。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。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。

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 方法原理

X射线管产生的初级X射线经双曲面弯晶单色化聚焦照射样品表面，被测元素外层电子被激发发生能级跃迁而释放出元素特征X射线荧光，能量色散探测器将不同元素的特征X射线荧光分辨并探测其强度，此强度经基本参数法校正后与样品中元素质量分数成正比，通过标准物质建立校准曲线，得到样品中目标元素的质量分数。

基本参数法是对X射线荧光的基体效应、元素间吸收增强效应、荧光产额、谱线分数等理论计算，将计算谱与探测器实测谱迭代拟合，得到样品中元素X荧光射线净强度或元素含量值的方法。

* 1. 干扰和消除

X射线荧光光谱法存在的基体效应、元素间吸收增强效应、谱线重叠干扰采用基本参数法消除。

土壤样品的颗粒效应、矿物效应、水分含量的影响，按照本文件8.1规定的操作减小或消除。

* 1. 试剂和材料
     1. 硼酸(H3BO3)：分析纯。
     2. 塑料环：尺寸与仪器的样品口直径相匹配。
     3. 土壤有证标准物质：采用经国家认证并授予标准物质证书的，对硅（Si）、铝（Al）、铁（Fe）、钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、锰（Mn）、磷（P）、钛（Ti）、硫（S）有标准定值的土壤有证标准物质。
     4. 气氛保护：氢气或氦气，纯度≥99.9%。
  2. 仪器和设备
     1. 单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪：单色化激发元素范围 Na-Fe，真空或氢气(氦气)光路吹扫系统，探测器能量分辨率<135eV@Mn:Ka。
     2. 粉末压片机：最大压力不小于20 MPa。
     3. 分析天平：精度为0.1 g。
     4. 尼龙筛：孔径0.15 mm（100目）。
  3. 样品
     1. 样品的采集和保存

按照HJ/T 166的相关规定采集、保存、风干或烘干土壤样品，采用研磨后过100目筛（7.4）的土壤样品，于105 ℃烘干4 h后，放于干燥器中静置1 h。

* + 1. 样品的制备

用分析天平（6.3）称取4.0 g样品（8.1），用硼酸（6.1）或塑料环（6.2）镶边的方法，于压片机上以20 MPa的压力压片，保压时间保持60秒，制成厚度≥4 mm的样品片，置于干燥器内待测。

* 1. 分析步骤
     1. 仪器参数的设定

根据仪器操作手册，选择合适的测定条件建立方法。需要优化的主要仪器参数有：X射线管电压及电流、双曲面弯晶角度、元素特征谱线、光路介质等。仪器参数示例参见附录B。

* + 1. 校准曲线的制作

将不同质量分数的土壤有证标准物质（6.3）按照（8.2）要求进行样品制备，再根据所设定的仪器参数（9.1），依次用单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪（7.1）测定，基本参数法通过仪器软件内置的基本参数库，可计算得到目标元素的计算值（RawFP），以目标元素的计算值（RawFP）为横坐标，有证标准物质目标元素的标准值为纵坐标进行曲线拟合，建立校准曲线。

注：应选择至少5个不同质量分数元素的标准样品（6.3），线性相关系数（r）应大于等于0.995，各元素含量范围参见附录C。

* + 1. 样品的测定

将土壤样品按照8.2的步骤制样，在与建立校准曲线相同的条件（9.2）下测试，根据目标元素计算值，经校准曲线计算得出样品中目标元素的质量分数。

* 1. 结果计算与表示
     1. 结果计算

土壤样品中目标元素的质量分数（mg/kg）或（%），按式（1）计算。

()

式中：

——烘干土壤样品中目标元素的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）或百分数（%）；

——校准曲线斜率；

——某元素（*Ei）*基本参数法计算值，单位为毫克每千克（mg/kg）或百分数（%）；

——校准曲线截距，单位为毫克每千克（mg/kg）或百分数（%）。

* + 1. 结果表示

硅、铝、铁、钾、钠、钙、镁质量分数乘以转换系数后以氧化物形式表示，单位为百分数（%），转换系数见表1，测定结果大于1%保留至小数点后两位，测试结果小于1%保留至小数点后三位。

锰、磷、钛、硫以单质元素表示，单位为毫克每千克（mg/kg），测定结果保留至整数位。

1. 目标元素与其氧化物转换系数

| 元素 | 氧化物 | 转换系数 |
| --- | --- | --- |
| Si | SiO2 | 2.1393 |
| Al | Al2O3 | 1.8895 |
| Fe | Fe2O3 | 1.4297 |
| K | K2O | 1.2046 |
| Na | Na2O | 1.3480 |
| Ca | CaO | 1.3992 |
| Mg | MgO | 1.6583 |

* 1. 准确度
     1. 精密度

精密度汇总数据参见附录D.1-D.2。

* + 1. 正确度

正确度汇总数据参见附录D.3-D5。

* 1. 质量保证和控制
     1. 校准有效性检查

每次分析均应建立校准曲线，校准曲线的相关系数r≥0.995。

每分析20个样品应选用一个校准曲线中的土壤有证标准物质进行校准核查，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应满足表2要求；否则，应进行仪器漂移校正，并重新绘制校准曲线。

1. 校准曲线相对偏差允许范围

| 含量范围（%） | 相对偏差（%） |
| --- | --- |
| ＞0.2 | ≤5% |
| ≤0.2 | ≤10% |

* + 1. 精密度控制

每20个样品或每批次（少于20个样品时）应测定至少1个平行样，平行样品测定结果的相对偏差应控制在±5%以内；否则，应进行仪器漂移校正，并重新绘制校准曲线。

* + 1. 准确度控制

每批样品至少分析2个土壤有证标准物质，有证标准物质测定结果与指定值相对误差应满足表3的要求；否则，应进行仪器漂移校正，并重新绘制校准曲线。

1. 有证标准物质允许相对误差范围

| 元素名称 | 相对误差 |
| --- | --- |
| Si，Al | ≤5% |
| Fe 、K、Na、Ca、Mg、Mn、P、Ti、S | ≤10% |

1. 1. 注意事项
      1. 更换X射线管、气氛保护等硬件后，需进行仪器校准，并重新绘制校准曲线；
      2. 单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪属于三类辐射装置，应取得辐射豁免或者辐射安全证书。
2. （资料性）  
   方法检出限和定量限
   1. 方法检出限和定量限

| 分析项目 | 检出限 | 定量限 |
| --- | --- | --- |
| SiO2 | 0.10% | 0.40% |
| Al2O3 | 0.06% | 0.24% |
| Na2O | 0.04% | 0.16% |
| MgO | 0.03% | 0.12% |
| K2O | 0.03% | 0.12% |
| CaO | 0.01% | 0.04% |
| Fe2O3 | 0.01% | 0.04% |
| Ti | 200 mg/kg | 800 mg/kg |
| Mn | 5 mg/kg | 20 mg/kg |
| P | 5 mg/kg | 20 mg/kg |
| S | 3 mg/kg | 12 mg/kg |

1. （资料性）  
   单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪仪器条件

表B.1单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪仪器条件示例

| 元素名称 | X光管 | | 双曲面弯晶类型 | 介质 | 探测器 | 测量时间（s） |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 电压（kV） | 电流（μA） |
| Si | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Al | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Fe | 45 | 1 000 | LiF(200) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| K | 45 | 1 000 | LiF(200) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Na | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Ca | 45 | 1 000 | LiF(200) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Mg | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Mn | 45 | 1 000 | LiF(200) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| P | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| Ti | 45 | 1 000 | LiF(200) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| S | 45 | 1 000 | Ge(111) | 氢气、氦气或真空 | SDD | 240 |
| 注： 各厂商仪器型号所采用的光管和光路技术不同，设置条件不同，依据所使用的仪器硬件条件设置 | | | | | | |

1. （资料性）  
   各元素含量范围

表C.1 各元素含量范围

|  |  |
| --- | --- |
| 分析项目 | 含量范围（%） |
| SiO2 | 30%~85% |
| Al2O3 | 7%~30% |
| Na2O | 0.16%~5.0% |
| MgO | 0.2%~5.0% |
| K2O | 0.2%~5.0% |
| CaO | 0.1%~20% |
| Fe2O3 | 1%~20% |
| Ti | 1000 mg/kg~3.0% |
| Mn | 100 mg/kg~0.5% |
| P | 100 mg/kg~0.5% |
| S | 50 mg/kg~1.0% |

1. （资料性）  
   方法精密度和准确性汇总

表D.1 方法精密度汇总

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品名称 | 平均值(%) | 实验室内相对标准偏差(%) | 实验室间相对标准偏差(%) | 重复性限r(%) | 再现性限R(%) |
| 三氧化二铝 | 黑龙江友谊县（黑土） | 15.51 | 0.2~0.8 | 2.0 | 0.23 | 0.90 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 11.28 | 0.1~0.2 | 3.6% | 0.05 | 1.14 |
| 山东禹城市（潮土） | 12.82 | 0.2~0.4 | 1.6% | 0.11 | 0.57 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 18.38 | 0.1~0.6 | 1.7% | 0.18 | 0.89 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 17.47 | 0.1~0.4 | 1.4% | 0.14 | 0.70 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 11.70 | 0.2~0.3 | 2.3% | 0.08 | 0.76 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 18.82 | 0.1~0.2 | 2.5% | 0.10 | 1.32 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 25.59 | 0.1~0.4 | 1.3% | 0.17 | 0.95 |
| 二氧化硅 | 黑龙江友谊县（黑土） | 58.82 | 0.2~0.8 | 2.2% | 0.76 | 3.63 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 68.64 | 0.05~0.1 | 1.5% | 0.22 | 2.90 |
| 山东禹城市（潮土） | 60.75 | 0.1~0.4 | 2.1% | 0.34 | 3.53 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 58.97 | 0.2~0.9 | 1.5% | 0.84 | 2.67 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 64.12 | 0.1~0.3 | 1.3% | 0.42 | 2.30 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 77.18 | 0.1~0.2 | 1.0% | 0.35 | 2.11 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 61.45 | 0.1~0.4 | 1.5% | 0.47 | 2.70 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 52.48 | 0.1~0.3 | 1.8% | 0.28 | 2.68 |
| 氧化钠 | 黑龙江友谊县（黑土） | 1.14 | 0.6~3.7 | 4.6% | 0.07 | 0.16 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 1.78 | 0.5~2.6 | 5.9% | 0.08 | 0.30 |
| 山东禹城市（潮土） | 1.52 | 0.5~2.4 | 5.0% | 0.07 | 0.22 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 0.20 | 0.7~8.8 | 14.1% | 0.03 | 0.08 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 0.24 | 1.7~10.8 | 9.1% | 0.04 | 0.07 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 0.20 | 4.0~12.2 | 11.5% | 0.04 | 0.08 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 0.17 | 3.5~8.9 | 15.2% | 0.03 | 0.08 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 1.06 | 1.1~2.8 | 2.9% | 0.05 | 0.10 |
| 氧化镁 | 黑龙江友谊县（黑土） | 1.67 | 0.5~1.1 | 3.1% | 0.04 | 0.15 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 2.30 | 0.4~1.0 | 7.3% | 0.04 | 0.47 |
| 山东禹城市（潮土） | 2.42 | 0.5~0.8 | 2.5% | 0.04 | 0.17 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 0.86 | 0.4~1.7 | 2.7% | 0.03 | 0.07 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 1.64 | 0.3~1.1 | 2.7% | 0.03 | 0.13 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 0.80 | 0.4~1.9 | 3.8% | 0.03 | 0.09 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 0.74 | 0.4~8.3 | 3.4% | 0.07 | 0.10 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 0.67 | 0.6~2.8 | 3.3% | 0.04 | 0.07 |
| 氧化钙 | 黑龙江友谊县（黑土） | 2.63 | 0.4~4.4 | 5.2% | 0.15 | 0.41 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 4.78 | 0.1~3.3 | 9.8% | 0.25 | 1.33 |
| 山东禹城市（潮土） | 6.25 | 0.2~4.7 | 3.6% | 0.48 | 0.77 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 0.09 | 2.7~5.8 | 7.7% | 0.01 | 0.02 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 2.33 | 0.4~2.4 | 4.0% | 0.08 | 0.27 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 0.09 | 2.7~9.2 | 10.4% | 0.01 | 0.03 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 0.09 | 2.4~5.2 | 7.0% | 0.01 | 0.02 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 0.46 | 0.4~1.3 | 1.3% | 0.01 | 0.02 |
| 三氧化二铁 | 黑龙江友谊县（黑土） | 5.89 | 0.3~2.9 | 2.4% | 0.22 | 0.44 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 3.20 | 0.1~0.5 | 3.8% | 0.03 | 0.34 |
| 山东禹城市（潮土） | 4.43 | 0.1~0.9 | 2.0% | 0.07 | 0.25 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 6.54 | 0.2~4.3 | 2.2% | 0.33 | 0.50 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 6.26 | 0.1~0.5 | 2.1% | 0.05 | 0.36 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 3.01 | 0.1~0.3 | 1.5% | 0.02 | 0.13 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 5.30 | 0.1~1.6 | 1.6% | 0.10 | 0.26 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 8.79 | 0.1~0.4 | 1.8% | 0.06 | 0.44 |
| 氧化钾 | 黑龙江友谊县（黑土） | 2.26 | 0.6~1.0 | 1.8% | 0.05 | 0.12 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 2.31 | 0.3~0.8 | 1.7% | 0.04 | 0.11 |
| 山东禹城市（潮土） | 2.29 | 0.2~0.7 | 1.4% | 0.03 | 0.09 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 2.86 | 0.2~1.3 | 0.9% | 0.05 | 0.08 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 2.37 | 0.2~0.7 | 0.9% | 0.03 | 0.06 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 1.57 | 0.3~0.8 | 1.8% | 0.03 | 0.08 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 4.03 | 0.2~0.5 | 0.7% | 0.04 | 0.09 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 1.60 | 0.4~1.9 | 1.3% | 0.04 | 0.07 |
| 钛 | 黑龙江友谊县（黑土） | 0.50 | 0.4~3.0 | 1.9% | 0.02 | 0.03 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 0.26 | 0.3~2.0 | 4.0% | 0.01 | 0.03 |
| 山东禹城市（潮土） | 0.39 | 0.3~0.8 | 1.6% | 0.01 | 0.02 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 0.53 | 0.2~4.7 | 1.1% | 0.03 | 0.03 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 0.49 | 0.4~0.7 | 1.3% | 0.01 | 0.02 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 0.59 | 0.2~1.4 | 2.4% | 0.01 | 0.04 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 0.61 | 0.3~4.0 | 1.9% | 0.03 | 0.04 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 0.64 | 0.3~0.5 | 1.0% | 0.01 | 0.02 |

表D.2 方法的精密度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品名称 | 平均值(mg/kg) | 实验室内相对标准偏差(%) | 实验室间相对标准偏差(%) | 重复性限r(mg/kg) | 再现性限R(mg/kg) |
| 磷 | 黑龙江友谊县（黑土） | 750 | 0.7~1.6 | 3.5% | 25.34 | 77.51 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 525 | 0.9~1.9 | 5.7% | 19.35 | 85.04 |
| 山东禹城市（潮土） | 844 | 0.9~4.0 | 6.0% | 50.55 | 148.73 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 527 | 0.5~1.9 | 1.6% | 18.36 | 28.68 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 747 | 0.8~2.0 | 3.1% | 29.51 | 71.30 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 242 | 1.3~4.8 | 6.2% | 21.77 | 46.65 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 336 | 1.4~4.2 | 1.1% | 21.96 | 22.72 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 429 | 1.1~2.1 | 1.6% | 19.00 | 26.39 |
| 硫 | 黑龙江友谊县（黑土） | 296 | 0.8~2.6 | 2.1% | 14.01 | 21.59 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 202 | 1.1~2.1 | 9.7% | 9.05 | 55.38 |
| 山东禹城市（潮土） | 209 | 0.9~2.6 | 3.2% | 12.29 | 22.02 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 233 | 0.9~2.1 | 1.6% | 9.82 | 13.73 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 213 | 1.6~4.1 | 3.8% | 14.59 | 26.48 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 140 | 1.0~3.1 | 2.4% | 8.78 | 12.57 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 315 | 0.5~1.5 | 2.4% | 9.10 | 22.52 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 172 | 1.2~3.2 | 1.5% | 10.95 | 12.49 |
| 锰 | 黑龙江友谊县（黑土） | 671 | 0.4~2.6 | 0.3% | 24.60 | 24.60 |
| 甘肃临泽县（灌耕风沙土） | 490 | 0.3~1.0 | 4.6% | 9 | 63 |
| 山东禹城市（潮土） | 593 | 0.6~1.2 | 1.4% | 16 | 27 |
| 陕西长武县（黑垆土） | 133 | 1.1~4.8 | 11.1% | 11 | 43 |
| 四川盐亭县(紫色土） | 540 | 0.4~0.9 | 1.0% | 11 | 19 |
| 江西千烟洲（水稻土） | 142 | 0.4~4.9 | 3.1% | 9 | 15 |
| 广州鼎湖山（赤红壤） | 100 | 1.7~3.7 | 4.7% | 7 | 15 |
| 云南西双版纳（砖红壤） | 2968 | 0.2~0.7 | 5.9% | 38 | 493 |

表D.3 方法的准确度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | Al2O3含量  (%) | 加标回收率  (%) | SiO2含量  (%) | 加标回收率  (%) | Na2O含量  (%) | 加标回收率  (%) | MgO含量  (%) | 加标回收率  (%) |
| GSS7  (n=7)平均值 | 29.42 | 100.3~100.8 | 33.75 | 102.6~ 103.7 | 0.10 | 105.6~126.5 | 0.23 | 84.3~91.4 |
| GSS18  (n=7)平均值 | 10.62 | 98.7~103.3 | 60.50 | 99.1~100.8 | 3.11 | 100.2~103.5 | 2.73 | 104.8~106.5 |
| GSS40  (n=7)平均值 | 12.30 | 101.4~101.9 | 61.67 | 102.5~103.5 | 1.70 | 99.0~102.3 | 2.36 | 100.6~101.5 |
| GSS41  (n=7)平均值 | 11.85 | 98.9~99.6 | 55.29 | 102.3~102.6 | 1.81 | 97.7~100.1 | 3.30 | 102.3~104.3 |
| GSS47  (n=7)平均值 | 14.63 | 101.4~104.4 | 69.48 | 100.9~101.8 | 1.91 | 102.8~105.4 | 1.00 | 104.3~109.5 |
| GSS49  (n=7)平均值 | 13.49 | 97.5~101.9 | 54.44 | 101.4~104.2 | 1.99 | 94.9~110.1 | 4.26 | 98.8~104.6 |
| GSS51  (n=7)平均值 | 13.48 | 97.9~98.9 | 58.52 | 98.8~99.8 | 2.77 | 97.5~100.0 | 2.96 | 110.4~113.8 |
| GSS71  (n=7)平均值 | 25.08 | 101.8~103.3 | 50.12 | 101.8~103.4 | 0.14 | 101.4~118.1 | 1.23 | 102.4~104.0 |
| GSS1a  (n=7)平均值 | 12.88 | 97.2~101.6 | 57.59 | 99.6~104.7 | 1.65 | 98.3~101.5 | 1.11 | 92.2~96.6 |

表D.4 方法的准确度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | CaO含量  (%) | 加标回收率  (%) | Fe2O3含量  (%) | 加标回收率  (%) | K2O含量  (%) | 加标回收率  (%) | Ti含量(%) | 加标回收率  (%) |
| GSS7  (n=7)平均值 | 0.17 | 103.5~105.7 | 19.09 | 99.4~103.2 | 0.19 | 87.9~106.3 | 2.05 | 99.5~101.8 |
| GSS18  (n=7)平均值 | 6.99 | 99.8~106.6 | 3.66 | 97.9~102.8 | 2.05 | 95.7~98.4 | 0.33 | 99.2~105.3 |
| GSS40  (n=7)平均值 | 6.52 | 101.1~102.2 | 4.61 | 101.6~102.7 | 2.43 | 98.5~99.1 | 0.40 | 101.5~102.5 |
| GSS41  (n=7)平均值 | 9.68 | 101.2~106.5 | 4.47 | 100.2~102.8 | 3.01 | 96.4~96.9 | 0.32 | 100.5~102.4 |
| GSS47  (n=7)平均值 | 1.06 | 98.7~101.6 | 4.03 | 99.4~102.4 | 3.29 | 98.6~101.5 | 0.34 | 100.0~103.1 |
| GSS49  (n=7)平均值 | 7.09 | 102.5~107.8 | 5.98 | 101.8~104.8 | 2.62 | 96.3~98.5 | 0.36 | 87.9~102.4 |
| GSS51  (n=7)平均值 | 5.50 | 98.5~103.6 | 4.78 | 97.6~99.4 | 2.62 | 96.7~97.7 | 0.35 | 92.9~95.4 |
| GSS71  (n=7)平均值 | 0.19 | 104.6~106.3 | 10.95 | 99.0~100.7 | 1.69 | 100.9~102.8 | 0.56 | 99.0~101.3 |
| GSS1a  (n=7)平均值 | 2.87 | 97.5~107.9 | 4.37 | 95.9~101.9 | 2.78 | 94.6~99.7 | 0.33 | 99.1~104.3 |

表D.5 方法的准确度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | P含量  (mg/kg) | 加标回收率  (%) | S含量  (mg/kg) | 加标回收率  (%) | Mn含量  (mg/kg) | 加标回收率  (%) |
| GSS7  (n=7)平均值 | 1089 | 92.6~96.1 | 232 | 91.7~94.2 | 1768 | 93.0~104.2 |
| GSS18  (n=7)平均值 | 579 | 94.6~105.7 | 7163 | 101.6~102.9 | 525 | 97.4~101.6 |
| GSS40  (n=7)平均值 | 1324 | 102.1~105.2 | 291 | 103.3~105.8 | 670 | 99.2~102.7 |
| GSS41  (n=7)平均值 | 920 | 98.0~102.8 | 2795 | 102.7~104.9 | 724 | 99.0~101.7 |
| GSS47  (n=7)平均值 | 535 | 105.2~109.4 | 105 | 98.7~103.6 | 685 | 95.2~99.5 |
| GSS49  (n=7)平均值 | 532 | 91.4~106.0 | 3856 | 101.3~106.7 | 875 | 97.7~102.5 |
| GSS51  (n=7)平均值 | 896 | 98.8~103.1 | 1239 | 96.3~106.8 | 774 | 95.3~98.1 |
| GSS71  (n=7)平均值 | 566 | 96.5~98.9 | 182 | 97.5~99.7 | 339 | 103.5~114.9 |
| GSS1a  (n=7)平均值 | 2336 | 96.5~107.1 | 722 | 96.6~101.6 | 1218 | 91.2~95.2 |

