

F-HZ-DZ-TR-0093

土壤—矿质全量元素（钛）的测定—二安替比林甲烷光度法

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素（钛）的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的溶液，在 0.5mol/L~4mol/L 盐酸溶液中，二安替比林甲烷溶液与钛离子生成黄色络合物，以光度法测定钛。大量钠离子无干扰，三价铁、高价铬和钒的黄色影响钛的测定，用抗坏血酸还原消除。

3 试剂

3.1 二安替比林甲烷溶液：称取 1g 二安替比林甲烷（C₂₃H₂₄N₄O₂）溶于 100mL 2mol/L 盐酸溶液中。

3.2 抗坏血酸溶液：称取 20g 抗坏血酸溶于 100mL 水中，现用现配。

3.3 钛标准溶液：称取经 500℃灼烧 1h 的二氧化钛 0.2500g(TiO₂)，精确至 0.0001g，置于 100mL 烧杯中，加入 15g 硫酸铵和 25mL 硫酸(ρ 1.84g/mL)，在电炉上加热溶解至溶液透明。取下冷却，用硫酸溶液（1+1）洗入 500mL 容量瓶中，再用硫酸溶液（1+9）稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含 500μg 二氧化钛。再用硫酸溶液（1+9）稀释 10 倍即得 1mL 含 50μg 二氧化钛标准溶液。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 容量瓶，25mL。

5 操作步骤

5.1 试样测定：吸取 5.00mL 碱熔脱硅后的系统分析待测液[F-HZ-DZ-TR-0085 土壤矿质全量元素（硅）的测定（动物胶凝聚质量法）6.4 或 F-HZ-DZ-TR-0086 土壤矿质全量元素（硅）的测定（聚环氧乙烷凝聚质量法）6.3]置于 25mL 容量瓶中，加入 2.5mL 抗坏血酸溶液，摇匀后放置几分钟，加入 10mL 二安替比林甲烷溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 后，在分光光度计上，于 450nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的钛量。同时做空白试验。

5.2 工作曲线：分别取 0、25、50、75、100、125、150μg 二氧化钛标准溶液置于 25mL 容量瓶中，按 5.1 操作步骤操作，绘制工作曲线。

6 结果计算

土壤矿质全量元素（钛）量按（1）式或（2）式计算：

$$w_{\text{TiO}_2} (\text{g/kg}) = \frac{m_1 \times t}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \cdots \cdots (1)$$

$$w_{\text{Ti}} (\text{g/kg}) = w_{\text{TiO}_2} (\text{g/kg}) \times 0.5995 \cdots \cdots (2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得二氧化钛量，μg；

t ——分取倍数（脱硅质系统分析待测液体积 250mL/吸取溶液体积 mL）；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数；

0.5995——二氧化钛换算成钛的系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取两位小数（大于 5g/kg 取一位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素（钛）测定允许差

钛量 (g/kg)	允许差 (g/kg)
>500	>2.5
50~500	1~2.5
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

8 参考文献

- [1] LY/T1253-1999. 森林土壤矿质全量元素（硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量）的测定.