

F-HZ-DZ-TR-0092

土壤—矿质全量元素（钛）的测定—变色酸光度法

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，调节 pH，钛与变色酸生成红棕色络合物，以光度法测定钛。高铁离子和铬离子等的干扰，可加抗坏血酸还原剂消除。

3 试剂

3.1 变色酸溶液：称取 5g 变色酸(1, 8-二羟基萘-3, 6-二磺酸钠, $C_{10}H_6C_8S_2Na_2$)溶于 100mL 水中，现用现配。新配制的变色酸为无色，如有颜色则不能用。

3.2 抗坏血酸溶液：称取 5g 抗坏血酸溶于 100mL 水中，现用现配。

3.3 对硝基酚指示剂：称取 0.2g 对硝基酚溶于 100mL 水中。

3.4 氢氧化铵，1+1。

3.5 盐酸溶液，1+1。

3.6 钛标准溶液：称取经 500℃灼烧 1h 的二氧化钛 0.2500g(TiO_2)，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 500 μ g 二氧化钛。再用硫酸溶液（1+9）稀释 10 倍即得 1mL 含 50 μ g 二氧化钛标准溶液。

3.7 硫酸铵。

3.8 硫酸(1.84 μ g/mL)。

3.9 硫酸溶液，1+1。

3.10 硫酸溶液，1+9。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 容量瓶，50mL。

5 操作步骤

5.1 试样测定：吸取 10.00mL 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 50mL 容量瓶中，放入沸水浴中煮沸 3min~5min。冷却后加入 5mL 抗坏血酸溶液，再加水至 35mL 左右，加入 2 滴对硝基酚指示剂，用氢氧化铵（1+1）中和至黄色，再用盐酸溶液（1+1）调至黄色消失，并过量 5 滴盐酸溶液（1+1），然后加入 3mL 变色酸溶液，加水稀释至刻度，摇匀。放置 10min 后，在分光光度计上，于 470nm 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、50、100、150、200、250、300 μ g 二氧化钛标准溶液置于 50mL 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：

$$w_{TiO_2} (g/kg) = \frac{m_1 \times t}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_{Ti} (g/kg) = w_{TiO_2} (g/kg) \times 0.5995 \dots\dots(2)$$

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.
- [2] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京：中国标准出版社. 1996，51.