

# 团 体 标 准

T/NAIA 0007—2020

---

## 土、草、粪便中钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

## 前 言

本标准的编写格式符合 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准由宁夏大学、宁夏饲料工程技术研究中心、宁夏兽药饲料监察所、宁夏饲料工作站、宁夏农林科学院、宁夏昊标检测服务研究院、宁夏化学分析测试协会起草。

本标准主要起草人：辛国省、刘辉、卜姣姣、燕翀、杨仪、丁园、高巧仙、王建林、武晓宏、谢荣国、张小飞、张艳、王京、佐婷婷。

本标准于 2020 年 XX 月 XX 日首次发布。

# 土、草、粪便中钛含量的测定

## 二安替比林甲烷分光光度法

### 1 范围

本标准规定了土壤、饲草、动物粪便元素钛含量的二安替比林甲烷分光光度测定方法。

本标准适用于土壤、饲草、动物粪便中钛含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准中的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

### 3 原理

试样在 0.5~4 mol/L 盐酸介质中，二安替比林甲烷与钛形成黄色络合物，颜色稳定，最大吸收波长为 390 nm。试样中钛经碱熔或酸分解进入溶液，即可进行测定。高浓度的铁对显色有干扰，可加抗坏血酸还原消除。

### 4 试剂与材料

4.1 除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 硫酸 (1+1)。

4.3 盐酸 (1+1)。

4.4 高氯酸。

4.5 浓硝酸。

4.6 氢氟酸。

4.7 抗坏血酸溶液(15 g/L)：称取 1.5 g 抗坏血酸，加 100 mL 水溶解，现用现配。

4.8 二安替比林甲烷溶液(50 g/L)：称取 5 g 二安替比林甲烷，加 100 mL 盐酸(4.3)加热溶解。

4.9 钛元素的标准品：可以按照 GB/T 602 方法配制，也可以从国家认可的销售标准物质单位购买，其质量浓度为 1000 mg/mL。

#### 4.10 钛标准储备液:

移取 2.5mL 钛标准溶液 (4.9), 于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液浓度为 50ug / mL。

### 5 仪器和设备

- 5.1 实验室用粉碎机或研钵。
- 5.2 分析筛: 孔径 0.42 mm(40 目)。
- 5.3 分析天平: 感量 0.0001 g。
- 5.4 电热板: 电加热, 可控温度在 (550 ± 20) °C。
- 5.5 紫外分光光度计。
- 5.6 聚四氟乙烯坩埚: 容积为 100 mL。
- 5.7 容量瓶: 50mL、100 mL、250 mL。
- 5.8 玻璃漏斗。
- 5.9 移液管: 玻璃移液管 5mL、10mL、20mL; 聚四氟乙烯移液管 5mL。
- 5.10 烧杯: 500 mL。

### 6 试样制备与保存

试样采集后去杂, 干燥, 研磨或粉碎, 过 0.42 mm(40 目) 筛, 保存备用。

注: 在采样和制备过程中, 应避免试样污染, 特别是饲草样和粪样不要被土壤污染。

### 7 测定步骤

#### 7.1 称样量

按表 1 称取试样, 精确至 0.0001g

表 1

样品名称	称样量/g
土样	0.5000
饲草样	2.0000
动物粪便样	1.0000

#### 7.2 分解液制备

将试样 (7.1) 置于聚四氟乙烯坩埚中, 用少量水润湿; 加入浓硝酸(4.5)5mL, 加热至 100~150 °C 待浓烈黄烟消失, 取下冷却; 加浓高氯酸(4.4)5mL, 微沸 10min, 取下冷却; 再

加入氢氟酸(4.6)5 mL, 逐渐升温使氢氟酸蒸发, 待出现浓烈白烟时取下冷却; 加高氯酸(4.4)5 mL 加热, 取下冷却, 加入氢氟酸(4.6)2 mL, 在 200℃左右蒸发, 取下冷却; 再加入 3 mL 浓硫酸(4.5), 在 200℃左右蒸发近干, 取下冷却; 加入盐酸溶液(4.3)40mL 溶解残渣, 转移入 250 mL 容量瓶中, 冷却后用水定容放置过夜, 制成试样分解液。随同试样进行空白试验, 除不称取样品外, 均按试样步骤进行。

### 7.3 标准系列溶液

准确吸取钛储备液(4.10) 0, 0.10 mL, 0.20 mL, 0.40 mL, 0.80 mL, 1.60 mL, 3.20 mL, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.7), 混匀, 加 5 mL 二安替比林甲烷溶液(4.8), 用水稀释至刻度, 混匀。室温放置 30 min。

### 7.4 显色与测定

取 5 mL 试样分解液(7.1) 置于 50 mL 的容量瓶中, 加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.7), 混匀, 加 5 mL 二安替比林甲烷溶液(4.8), 用水稀释至刻度, 混匀。室温放置 30 min, 于紫外分光光度计波长 390 nm 处, 以试剂空白为参比, 依次测量标准溶液与样品吸光度值。

### 7.5 曲线绘制

以钛含量(ug/ml)为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。

## 8 分析结果的计算

按式(1)计算试样中的钛的含量, (mg/kg) 表示。

$$w(\text{Ti}) = \frac{V \times (m_1 - m_0) \times Y}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_0$ —空白试验查得的钛量, 单位(ug);

$m_1$ —校准曲线上查得的钛量, 单位(ug);

$m$ —试样量, 单位(g);

$Y$ —试液的分取倍数;

$V$ —显色液体积(50ml)。

## 9 允许差

在重复性条件下, 完成两个平行测定的结果的相对偏差不大于 5%。