

**F-HZ-DZ-TR-0152**

**土壤—游离氧化铝的测定—光度法**

1 范围

本方法适用于土壤游离氧化铝的测定。

2 原理

游离氧化铝是指可为连二亚硫酸钠—柠檬酸钠—碳酸氢钠溶液提取出来的氧化铝。游离氧化铝对于了解土壤的成土过程和成土环境，以及判断土壤的一些基本性状如重金属和阴离子的吸附解吸过程具有重要的意义，尤其是对于富含铝氧化物或水铝英石的热带、亚热带土壤或火山灰土壤更是如此，常作为判断这类土壤性状的一个重要依据。提取液以铝试剂光度法测定游离氧化铝。

3 试剂

3.1 连二亚硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ )。

3.2 柠檬酸钠溶液：称取 104.4g 柠檬酸钠 ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )，溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.3 碳酸氢钠溶液：称取 84g 碳酸氢钠，溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.4 氯化钠溶液：1mol/L，称取 58.45g 氯化钠，溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.5 饱和氯化钠溶液：称取 400g 氯化钠，加入 1000mL 水，充分搅拌后，静置，取上部澄清溶液。

3.6 丙酮

3.7 铝标准溶液：称取金属铝片（表面氧化物用刀刮去）0.5000g(精确至 0.0001g)置于 250mL 烧杯中，加入 15mL 盐酸 (1+1) 溶解，移入 1000mL 容量瓶中，再加水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 500  $\mu\text{g}$  铝。再稀释成 1mL 含 5  $\mu\text{g}$  铝标准溶液。

3.8 铝试剂溶液：称取 0.2000g 铝试剂（金精二羧酸， $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{O}_9\text{N}_3$ ）置于 250mL 烧杯中，加入 100mL 缓冲溶液溶解，移入 500mL 容量瓶，再加水稀释至刻度，摇匀。新鲜配制，剩余溶液在冰箱中保存，一个月内有效。

3.9 缓冲溶液：取 60mL 冰乙酸 ( $\rho 1.05\text{g/mL}$ )，加水稀释至 900mL，加入 100mL 氢氧化钠溶液 (100g/L)，调节 pH 为 4.2。

3.10 抗坏血酸溶液：称取 1g 抗坏血酸，溶于 100mL 水中，现用现配。

4 仪器

4.1 离心机，最大转速 5000r/min，附 50mL 离心管。

4.2 分光光度计

4.3 容量瓶，250mL，50mL。

5 操作步骤

5.1 称取 0.5000g~1.0000g（粘粒 0.1000g~0.3000g，精确至 0.0001g）通过 0.25mm 筛孔的风干土样置于 50mL 离心管中，加入 20mL 柠檬酸钠溶液和 2.5mL 碳酸氢钠溶液，在水浴上加热至 80℃，用骨勺加入 0.5g 连二亚硫酸钠，不断搅动，保持 15min。同时作空白试验。

5.2 放置冷却后，将离心管置于离心机中离心分离 (2000r/min~3000r/min)。如分离不清可加入 5mL 饱和氯化钠溶液（对于含水铝英石的土壤，可再加 5mL 丙酮）。将清液倾入 250mL 容量瓶中，如此重复处理 1 次~2 次，此时离心管中的残渣呈浅灰色或灰白色。最后用 1mol/L 氯化

钠溶液洗涤离心管中的残渣 2 次~3 次，洗液合并倾入 250mL 容量瓶中，再加水稀释至刻度，摇匀。溶液作游离氧化铝测定用，也可同时作游离氧化铁测定用。同时作空白试验。

5.3 在 50mL 容量瓶中依次加入 10mL 缓冲溶液、2mL 抗坏血酸溶液、15mL 水和 10.00mL 铝试剂溶液，混匀。然后吸取一定量提取液置于 50mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。为了加速显色反应，将 50mL 容量瓶置于沸水浴上加热 10min~15min，放置冷却。在分光光度计上，于 520nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，以试剂空白作参比，从工作曲线上查得相应的铝量。

5.4 分别取 0、5、10、15、20、30、40、50 μg 铝标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.3 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注 1：待测液应尽快测定，不宜放置过久，防止硅酸铝的形成，导致测定结果偏低。

注 2：铁对铝的测定干扰较大，加入还原剂抗坏血酸可掩蔽消除铁的干扰。

注 3：显色反应缓慢，室温下须放置 15min~20min 显色才完全，而且重现性差。在沸水浴上加热，不仅可加速显色反应，而且可改善准确性和重现性。

## 6 结果计算

按下式计算土壤游离氧化铝含量：

$$W(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \times t \times 1.8895}{m \times k \times 10^3} \times 1000$$

式中：  $W(\text{Al}_2\text{O}_3)$  — 游离氧化铝含量，mg/kg；

$m_1$  — 在工作曲线上查得铝量，μg；

$t$  — 分取倍数（待测液体积 250mL/吸取待测液体积 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；

1.8895 — 铝换算成三氧化二铝的系数。

## 7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取一位小数（小于 1mg/kg，取二位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 游离氧化铝测定允许差

游离氧化铝量 (mg/kg)	允许差 (mg/kg)
100~300	5~15
10~100	0.5~5
1~10	0.05~0.5
0.2~1	0.02~0.05
0.1~0.2	0.01~0.02
<0.1	<0.01

## 8 参考文献

[1] 鲁如坤·土壤农业化学分析方法·北京：中国农业科技出版社·2000，62·