УДК 631.4:546.621.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение обменного (подвижного) алюминия по методу ЦИНАО

Soils. Determination of exchangeable (mobile) aluminium by CINAO method

ГОСТ 26485—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 820 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения обменного (подвижного) алюминия в почвах, вскрышных и вмещающих породах при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Суммарная относительная погрешность метода составляет 30% для количества эквивалентов до 0,12 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 0,12 ммоль в 100 г почвы.

Сущность метода заключается в извлечении обменного (подвижного) алюминия из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного комплекса алюминия с хромазуролом С или ксиленоловым оранжевым в слабокислой среде и последующем фотометрировании окрашенного раствора. Влияние железа предотвращается восстановлением его до двухвалентного состояния аскорбиновой кислотой.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:
фотоэлектроколориметр;

gost.e-ecolog.ru

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

кислоту аскорбиновую;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., разбавленную дистиллированной водой 1 : 1;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, х.ч. или ч.д.а., концентрированную и раствор концентрации с (CH_3COOH) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.);

алюминий гранулированный, ч.д.а.;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч., раствор концентрации с (KCl) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.);

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, х.ч. или ч.д.а.;

хромазурол С, индикатор или ксиленоловый оранжевый, индикатор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Приготовление раствора аскорбиновой кислоты массовой концентрации 0,2 г/$дм^3$**

Раствор готовят из расчета 0,2 г аскорбиновой кислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, на 1000 $см^3$ раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. **Приготовление запасного окрашивающего раствора для определения алюминия с хромазуролом С**

326 г уксуснокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 1 г, растворяют примерно в 800 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 5 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты и тщательно перемешивают. В полученной буферной смеси растворяют 1 г хромазурола С, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 $см^3$, тщательно перемешивают и оставляют до следующего дня. Затем раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр и переливают в склянку из темного стекла с притертой пробкой.

Раствор хранят не более 3 мес.

3.3. **Приготовление рабочего окрашивающего раствора для определения алюминия с хромазуролом С**

8 объемов запасного окрашивающего раствора, приготовленного по п. 3.2, смешивают с 92 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.4. **Приготовление запасного окрашивающего раствора для определения алюминия с ксиленоловым оранжевым**

10,9 г уксуснокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. Затем прибавляют 58 см³ концентрированной уксусной кислоты, перемешивают, растворяют в полученном растворе 0,4 г ксиленолового оранжевого, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и дистиллированной водой доводят объем раствора до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 мес.

3.5. **Приготовление рабочего окрашивающего раствора для определения алюминия с ксиленоловым оранжевым**

1 объем запасного окрашивающего раствора, приготовленного по п. 3.4, смешивают с 4 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.6. **Приготовление раствора алюминия концентрации** $c\left(\frac{1}{3}\,Al^{3+}\right) = 0{,}25$ **ммоль/см³**

1,125 г алюминия, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 дистиллированной водой. После прекращения бурного выделения пузырьков водорода колбу помещают на кипящую водяную баню и нагревают до полного растворения алюминия. После охлаждения в колбу добавляют 37,5 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, и дистиллированной водой доводят объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

3.7. **Приготовление раствора алюминия концентрации** $c\left(\frac{1}{3}\,Al^{3+}\right) = 0{,}025$ **ммоль/см³**

25 см³ раствора алюминия, приготовленного по п. 3.6, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³ доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

3.8. **Приготовление растворов сравнения**

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 3.7. Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 3.7, см³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация алюминия с ($^1/_3$ Al^{3+}):								
в растворе сравнения, ммоль/дм³	0	0,2	0,4	0,8	1,2	1,6	2,0	2,4
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,05	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,6

Растворы хранят в склянках с притертыми пробками не более 3 мес.

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа. Окрашивание растворов сравнения проводят аналогично окрашиванию анализируемых вытяжек и одновременно с ними.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. **Приготовление вытяжки из почвы**

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26483—85.

4.2. **Определение алюминия с хромазуролом С**

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 1 см³ фильтратов вытяжек и растворов сравнения.

К пробам приливают по 25 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Затем приливают по 25 см³ рабочего окрашивающего раствора, приготовленного по п. 3.3, и снова перемешивают. Окрашенные растворы не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 30 мин после прибавления окрашивающего раствора фотометрируют относительно раствора сравнения № 1 в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см при длине волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 535—555 нм.

При проведении анализа допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и растворов реагентов при погрешности дозирования не более 1%.

4.3. **Определение алюминия с ксиленоловым оранжевым**

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 2 см³ фильтратов вытяжек и растворов сравнения. К пробам приливают по 15 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют по 15 см³ окрашивающего раствора, приготовленного по п. 3.5, и снова перемешивают.

Окрашенные растворы не ранее чем через 2 ч после прибавления окрашивающего раствора фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания 535—555 нм.

При проведении анализа допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и растворов реагентов при погрешности дозирования не более 1%.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации алюминия в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра. Количество эквивалентов алюминия в анализируемой почве находят непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм^3. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения алюминия.

Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы с округлением до второго десятичного знака.

При проведении массовых анализов вместо построения градуировочного графика допускается градуирование шкалы прибора по растворам сравнения в день проведения анализа.

5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при вероятности $P=0,95$ составляют 40% для количества эквивалентов алюминия до 0,12 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 0,12 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru