

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 хромазуолом 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;

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 см³ 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 (СН₃СООН) = 1 моль/дм³ (1 н.);

алюминий гранулированный, ч.д.а.;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч., раствор концентрации с (КСl) = 1 моль/дм³ (1 н.);

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

хромазуrol 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/дм³

Раствор готовят из расчета 0,2 г аскорбиновой кислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, на 1000 см³ раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. Приготовление запасного окрашивающего раствора для определения алюминия с хромазуrolом С

326 г уксуснокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 1 г, растворяют примерно в 800 см³ дистиллированной воды, приливают 5 см³ концентрированной уксусной кислоты и тщательно перемешивают. В полученной буферной смеси растворяют 1 г хромазуrolа С, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 см³, 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 хромазуолом 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 с $(\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}) = 0,25 \text{ ммоль/см}^3$

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 с $(\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}) = 0,025 \text{ ммоль/см}^3$

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, см ³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация алюминия с ($\frac{1}{3}$ Al ³⁺): в растворе сравнения, ммоль/дм ³	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 хромазуолом 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/дм³. 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.