

S-II-5.1V3 – DOSAGE DES CYANURES TOTAUX ET LIBRES

1. Objet

Cette procédure a pour objet de décrire le dosage des cyanures libres, des cyanures non oxydables au chlore et des cyanures totaux. La présente procédure traite, en particulier, des deux sujets suivants :

1.1 Libération et absorption d'acide cyanhydrique

1.2 Dosage des cyanures, respectivement des ions cyanures

1.2.1. Méthode colorimétrique

1.2.2. Méthode titrimétrique avec indicateur

2. Domaine d'application

Cette procédure est applicable aux échantillons à l'état brut et spécifie deux méthodes de quantification permettant de doser les cyanures libres et les cyanures non oxydables au chlore.

Les méthodes sont applicables aux sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets contenant entre 0.5 mg/kg et 10 000 mg/kg de cyanures totaux. Les méthodes utilisées, avec les plages correspondantes de concentration en cyanures contenus dans la portion aliquote prélevée dans la solution d'absorption correspondante, sont les suivantes :

2.1 Méthode colorimétrique

Cette méthode s'applique à des concentrations en cyanures comprises entre 0.5 mg/kg et 50 mg/kg de l'échantillon d'origine.

2.2 Méthode titrimétrique avec indicateur

Cette méthode s'applique à des concentrations en cyanures supérieures à 50 mg/kg de l'échantillon d'origine (exempt de cailloux).

3. Définitions et abréviations

Cyanures libre : composés qui contiennent des groupes cyanogènes pouvant former de l'acide cyanhydrique dans les conditions de la présente méthode (point 9.2.2).

Par cyanures libres on entend : Somme des cyanures libres et des cyanures liés en cyanures métalliques simples.

Les cyanures métalliques simples peuvent être représentés comme suit :

ou $A(CN)_x$ avec A = Alcalin ou alcalinoterreux
 $M(CN)_x$ M = Métal



Cyanures non oxydables au chlore : cyanures libérés dans les conditions de la présente méthode (point 9.2.3) après distillation des cyanures libres.

Par cyanures non oxydable au chlore on entend : Somme des ferrocyanures alcalin et des ferrocyanures métalliques pouvant être représentés comme :



Cyanures totaux : somme des cyanures libres et des cyanures non oxydables au chlore, c'est-à-dire l'ensemble des composés formant de l'acide cyanhydrique dans les conditions de la présente méthode (point 9.2.4).

4. Interférence

Sans objet dans cette méthode.

5. Principe

Les cyanures libres sont extraits de l'échantillon par traitement à pH 4 et sous reflux. Ce traitement libère les cyanures sous forme d'acide cyanhydrique, lequel est absorbé par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium. Un ajout de sulfate de zinc permet d'éviter la libération d'ions cyanures par les composés de cyanures non oxydable au chlore. Les composés de cyanures non oxydables au chlore ont une stabilité plus grande; pour cette raison ils sont extraits, sous reflux, avec de l'acide orthophosphorique. L'ajout de sel d'étain(II) et de sel de cuivre(II) permet d'éliminer les interférences induites par les composés soufrés et de catalyser la décomposition des cyanures non oxydables au chlore.

Le dosage des ions cyanure dans les solutions absorbantes d'hydroxyde de sodium s'effectue :

- Soit par voie colorimétrique (voir point 9.4), selon un mode opératoire reposant sur la réaction des cyanures avec la chloramine-T, résultant en la formation de chlorure de cyanogène, lequel réagit avec le mélange pyridine-4-acide carboxylique et 1,3-diméthyl-acide barbiturique pour former un complexe coloré dont l'absorbance est mesurée à 578 nm.
- Soit par titrimétrie (voir point 9.5), selon un mode opératoire impliquant un titrage avec du nitrate d'argent. Lorsqu'ils sont en excès par rapport aux ions $Ag(CN)_2^-$, Les ions argent forment un complexe coloré rouge avec l'indicateur de fin de réaction, la (diméthylaminobenzylidène)-5 rhodanine.

6. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Prélever les échantillons dans un récipient en verre ou en polyéthylène n'ayant aucune incidence sur l'analyse. Maintenir l'échantillon à une température inférieure à 10 °C et le conserver dans l'obscurité jusqu'au moment de l'analyse. Procéder à l'analyse dans les 48 h qui suivent le prélèvement.

7. Appareillages et matériels utilisés

7.1 Appareil de libération et d'absorption de l'acide cyanhydrique

Utiliser l'appareil illustré à la figure 1 (point 13 : annexe). Le ballon à fond rond (9) doit être muni de trois cols, avoir une contenance d'au moins 500 ml et présenter des rodages coniques normalisés. L'appareil est équipé d'un réfrigérant à reflux de Liebig (3) refroidi à l'eau, d'une ampoule à introduire (5) de 50 ml et d'un tube d'arrivée d'air (7). La connexion au récipient d'absorption (2) est assurée par un tube de distillation (1). Des joints normalisés sont installés sur ce tube afin d'assurer le raccordement entre le réfrigérant à reflux de Liebig et le récipient d'absorption (2). Un tube en verre, muni d'un joint en verre fritté n°2 (4) de porosité P 160 selon l'ISO 4793, plonge dans le récipient d'absorption pour permettre le piégeage du HCN libéré dans la solution absorbante.

Il convient de déterminer le facteur de rendement (f_r) de l'appareil de distillation à l'aide d'un étalon de cyanure de potassium pour la recherche des cyanures libres et de ferrocyanures de potassium en vue du dosage des cyanures totaux. Il convient d'utiliser un étalon au centre de la gamme d'étalon (9.4.4 et 9.5.3)

Il est possible de réaliser la libération et l'absorption de l'acide cyanhydrique avec un Appareil de distillation de type Vapodest 20 de Gerhardt ou équivalent. Dans ce cas un dispositif d'aspiration n'est pas nécessaire.

7.2 Dispositif d'aspiration

Utiliser une pompe pouvant délivrer un débit allant jusqu'à 30 l/h d'air à travers l'appareil illustré à la figure 1 (point 13 : annexe). Il est recommandé d'employer une pompe à piston de faible puissance. Celle-ci doit être munie d'une soupape de réglage fin située entre la pompe et le flacon de Drechsel. L'emploi du flacon de Drechsel a pour objectif d'assurer que, dans le cas où un échantillon contiendrait une très grande quantité de cyanures, il ne se produirait aucune libération de HCN dans l'atmosphère.

7.3 Spectrocolorimètre, réglé sur une longueur d'onde de 600 nm, à cuves de trajet optique de 10 mm.

7.4 Agitateur magnétique

7.5 Burette, de 10 ml de contenance.

7.6 Agitateur mécanique

7.7 Autres matériels utilisés

- jaugés de 250 et 50 ml,
- tubes à réaction,
- pipettes,
- cellules de mesure de 1 cm de long pour le spectrophotomètre,
- chronomètre,
- matériel courant de laboratoire.

8. Réactifs utilisés

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de conductivité inférieure à 1 $\mu\text{S/cm}$.

8.1 Réactifs destinés à la libération et à l'absorption de cyanure

8.1.1 Acide orthophosphorique, β -(H_3PO_4), $\omega = 85\%$ (fraction massique), $\rho = 1.69\text{ g/ml}$

8.1.2 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1\text{ mol/l}$

Dissoudre 40 g de NaOH dans de l'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène.

8.1.3 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1\text{ mol/l}$

Diluer 83 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\omega = 37\%$ (fraction massique), $\rho = 1.18\text{ g/ml}$) avec de l'eau, puis compléter à 1000 ml avec de l'eau.

8.1.4 Solution de sulfate de zinc(II)

Dissoudre 100 g de sulfate de zinc (II) heptahydraté ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau.

8.1.5 Solution tampon, pH 4,0 + 0,2

Dissoudre 10.2 g d'hydrogénophthalate de potassium ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) dans de l'eau chaude et compléter à 1000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution à une température inférieure à 10 °C.

8.1.6 Solution de phénolphtaléine

Dissoudre 0.03 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol.



8.1.7 Solution de chlorure d'étain(II)

Dissoudre 5 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (8.1.3) et diluer à 100 ml avec de l'eau. Préparer la solution extemporanément.

8.1.8 Solution de sulfate de cuivre(II)

Dissoudre 200 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau.

8.2 Réactifs destinés au dosage colorimétrique des ions cyanure

8.2.1 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0.8 \text{ mol/l}$

Dissoudre 32 g de NaOH dans de l'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène.

8.2.2 Solution d'acide acétique glacial, $\varphi = 20 \%$ (fraction volumique)

Diluer 100 ml d'acide acétique glacial $\rho = 1.049 \text{ g/ml}$ à 500 ml avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

8.2.3 Solution de sel de sodium N-chloro-4-méthylbenzènesulfonamide (chloramine T)

Dissoudre 0.5 g de chloramine-T trihydratée ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 50ml et diluer au trait de jauge. Préparer cette solution extemporanément.

8.2.4 Réactif coloré

Diluer 7.0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 500 ml d'eau. Ajouter 16.8 g de 1,3-diméthyl-acide barbiturique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_3\text{N}_2$) et 13.6 g de pyridine-4-acide carboxylique (acide isonicotinique) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$) et diluer à 1000 ml avec de l'eau. Mélanger intensément pendant 1 h à 30 °C, puis filtrer à travers un filtre à plis (de 8 μm d'ouverture).

Cette solution peut se garder pendant au moins une semaine sous réserve qu'elle soit conservée en dessous de 10 °C dans l'obscurité et qu'elle soit filtrée sur un autre filtre à plis (de 8 μm d'ouverture) avant l'emploi.

8.2.5 Solution étalon de cyanure de potassium, correspond à 100mg/l d'ions cyanure

Dissoudre 250 mg de cyanure de potassium (KCN) dans la solution d'hydroxyde de sodium à 0,8 mol/l (8.2.1) et diluer à 1000 ml avec cette même solution dans une fiole jaugée. Étalonner cette solution par titrage avec la solution de nitrate d'argent à 0.01 mol/l (8.3.1) une fois par jour si de nombreux dosages sont effectués. Conserver cette solution à une température inférieure à 10 °C.

8.2.6 Solution étalon de cyanure de potassium, correspond à 10mg/l d'ions cyanure

Dans une fiole jaugée, diluer 10,00 ml de solution 8.2.5 à 100 ml, en utilisant la solution d'hydroxyde de sodium à 0.8 mol/l (8.2.1). Préparer cette solution extemporanément.

8.2.7 Paranitrophénol, $\rho = 0.1 \%$ dans l'éthanol

Dissoudre 0.1 g de paranitrophénol dans 100 ml d'éthanol.

8.3 Réactifs destinés au dosage titrimétrique des ions cyanures

8.3.1 Solution de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/l}$

Dissoudre 1.6897 g de nitrate d'argent dans environ 400 ml d'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

Vérifier par titrage la concentration réelle du nitrate d'argent à 0.01 mol/l avec du chlorure de sodium conformément à l'ISO 9297, à raison d'au moins deux fois par semaine. Conserver cette solution dans l'obscurité.

8.3.2 Solution de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0.001 \text{ mol/l}$

Préparer la solution extemporanément à partir de la solution de nitrate d'argent à 0.01 mol/l (8.3.1). Ajouter 25.00 ml de nitrate d'argent à 0,01 mol/l dans une fiole jaugée de 250 ml et diluer à 250 ml avec de l'eau. Recouvrir le flacon d'une feuille de papier aluminium afin d'empêcher le passage de la lumière.

8.3.3 Solution d'indicateur.

Dissoudre 0.02 g de (diméthylamino-4benzylidène)-5 rhodanine dans l'acétone et diluer à 100 ml avec de l'acétone. Cette solution est stable pendant une semaine si elle est conservée dans l'obscurité et à température ambiante.

9. Mode opératoire

9.1 Préparation des échantillons

9.1.1 Pesée

Ne pas ouvrir le flacon qui renferme l'échantillon non séché avant l'analyse et effectuer la pesée rapidement afin de prélever la prise d'essai.

9.1.2 Détermination de la teneur en eau

Effectuer une détermination de la teneur en eau sur une partie aliquote appropriée de l'échantillon, conformément à la méthode de référence S.I.3.

9.2 Libération et absorption de l'acide cyanhydrique

S'il est nécessaire d'effectuer uniquement une analyse des cyanures totaux, passer directement à 9.2.4.



9.2.1 Ajustage du pH

Pour les échantillons ayant un pouvoir tampon élevé, l'ajout de tampon prescrit dans la présente méthode peut s'avérer insuffisant pour atteindre le pH 4 requis pour le dosage des cyanures libres.

Dans ce cas, ajuster le pH de la manière suivante :

Peser 10.0 g d'échantillon (9.1) et les introduire dans un flacon en verre à col large (200 ml). Ajouter 100 ml d'eau et agiter pendant 1 h à l'aide d'un agitateur mécanique. Ajouter à la suspension 0.5 ml de solution de phénolphtaléine (8.1.6). Ajuster le pH à (8.0 ± 0.2) en ajoutant, à l'aide d'une burette, la solution d'acide chlorhydrique (8.1.3) ou la solution d'hydroxyde de sodium (8.1.2), jusqu'à ce que la phase aqueuse vire légèrement au rouge et que la couleur reste stable. Noter le volume utilisé de solution d'acide chlorhydrique ou de solution d'hydroxyde de sodium.

9.2.2 Distillation des cyanures libres

- Introduire 40 ml de solution NaOH (8.1.2) dans le récipient d'absorption.
- Remplir le flacon de Drechsel de 100 ml de solution NaOH (8.1.2).
- Peser 10.0 g de sol frais (9.1) et les introduire dans le ballon de distillation, ajouter 100 ml d'eau distillée et agiter.
- Vérifier que l'aspiration fonctionne de manière que le débit de gaz assure que tout le HCN libéré pénètre dans le récipient d'absorption.
- Si nécessaire, ajouter à l'échantillon autant de base ou d'acide que lors de la mesure effectuée en 9.2.1.
- ajouter, au moyen de l'ampoule à introduire, 10 ml de solution de sulfate de zinc(II) (8.1.4) et 50 ml de solution tampon pH (4.0 ± 0.2) (8.1.5).
- Chauffer avec un léger reflux pendant 1 h.
- Après distillation, introduire le contenu du récipient d'absorption dans un ballon jaugé de 50 ml et porter au trait avec de l'eau.

9.2.3 Distillation des cyanures non oxydables au chlore

- Raccorder un autre récipient d'absorption contenant 40 ml de solution d'hydroxyde de sodium (8.1.2).
- Ajouter à l'échantillon, au moyen de l'ampoule à introduire, 10 ml de solution de sulfate de cuivre(II) (8.1.8) et 2 ml de solution de chlorure d'étain(II) (8.1.7).
- Vérifier que l'aspiration fonctionne de manière que le débit de gaz assure que tout le HCN libéré pénètre dans le récipient d'absorption.
- Ajouter 20 ml d'acide orthophosphorique (8.1.1).
- Chauffer doucement le ballon puis mettre doucement sous reflux pendant 120 min.
- Après distillation, introduire le contenu du récipient d'absorption dans un ballon jaugé de 50 ml et porter au trait avec de l'eau.

9.2.4 Distillation des cyanures totaux

- Raccorder un récipient d'absorption contenant 40 ml de solution d'hydroxyde de sodium (8.1.2).
- Peser 10.0 g d'échantillon frais (9.1) et les introduire dans le ballon de distillation, ajouter 160 ml d'eau distillée.
- Puis suivre le même mode opératoire qu'au point 9.2.3 :



- Ajouter à l'échantillon, au moyen de l'ampoule à introduire, 10 ml de solution de sulfate de cuivre(II) (8.1.8) et 2 ml de solution de chlorure d'étain(II) (8.1.7).
- Vérifier que l'aspiration fonctionne de manière que le débit de gaz assure que tout le HCN libéré pénètre dans le récipient d'absorption.
- Ajouter 20 ml d'acide orthophosphorique (8.1.1).
- Chauffer doucement le ballon puis mettre doucement sous reflux pendant 120 min.
- Après distillation, introduire le contenu du récipient d'absorption dans un ballon jaugé de 50 ml et porter au trait avec de l'eau.

9.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage approprié, en procédant de la manière prescrite en 9.2, mais en remplaçant l'échantillon par 10 ml d'eau exempte de cyanures.

9.4 Dosage des cyanures – Méthode colorimétrique

9.4.1 Domaine d'application

La méthode colorimétrique est applicable à des prises d'essai aliquotes de 20 ml de solution absorbance contenant entre 0.002 mg et 0.02 mg de cyanures. Les solutions absorbantes contenant des quantités plus élevées de cyanures doivent être analysées sur de plus petites prises d'essai aliquotes complétées à 20 ml avec une solution de NaOH à 0.8 mol/l (8.2.1)

9.4.2 Mode opératoire

Effectuer les opérations qui suivent sur les solutions de distillation préparées en 9.2.2, 9.2.3, 9.2.4 et 9.3.

- Prélever 20 ml du distillat (ou une aliquote en fonction de la concentration) que l'on introduit dans un jaugé de 50 ml.
- Ajouter deux gouttes de paranitrophénol (8.2.7).
- Tout en mélangeant, ajouter goutte à goutte, de l'acide acétique glacial à 20 % (8.2.2) et arrêter dès que le jaune du paranitrophénol a disparu.
- Ajouter 2 ml de solution chloramine-T (8.2.3), mélanger.
- Laisser agir pendant (5 ± 1) min.
- Ajouter 6 ml de réactif coloré (8.2.4), mélanger, amener au trait et mélanger à nouveau
- Effectuer les mesures (20 ± 5) min après l'ajout du réactif coloré.
- Mesurer l'absorbance de la solution à 578 nm à l'aide du spectrophotomètre après avoir préalablement réglé l'appareil au zéro d'absorbance avec le blanc réactif. Utiliser la cellule de 10 mm.

9.4.3 Préparation de la courbe d'étalonnage

Transvaser, à l'aide d'une pipette, 0 ml, 2.5 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, et 25 ml de solution de cyanure de potassium à 10 mg/l (8.2.6) dans une série de six fioles jaugées de 250 ml. Diluer au trait de jauge avec la solution d'hydroxyde de sodium à 0.8 mol/l (8.2.1) et homogénéiser. Procéder à la distillation (9.2) et à la mesure d'absorbance (9.4.2) comme pour un échantillon. Tracer la courbe de l'absorbance en fonction de la quantité de cyanures, en milligrammes, contenue dans les solutions. La relation entre l'absorbance et la concentration est linéaire.



9.4.4 Calcul des résultats

Calculer la teneur en cyanures, w_{CN} , exprimée en milligrammes par kilogramme, à l'aide de l'équation (1) :

$$\omega_{CN} = \frac{(m_a - m_b) \times V_1 \times 1000 \times f_c}{V_2 \times m} \times f_r$$

(1)

w_{CN} est la teneur en cyanures, en milligramme, de l'échantillon de sol séché (105°C) conformément à la méthode S.I.3.;

m_a est la masse, en milligrammes, de cyanures (dans 50ml) de la prise d'essai aliquote de 20ml; relevée sur la courbe d'étalonnage;

m_b est la masse, en milligrammes, de cyanures (dans 50ml) de la portion aliquote à blanc de 20ml;

V_1 est le volume, en millilitres, du distillat (valeur nominale : 50ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la portion aliquote de l'échantillon analysée (valeur nominale: 20ml);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée (valeur nominale :10 g);

f_c est le facteur de correction pour l'échantillon de sol sec, $f_c = (100 + \% \text{ d'eau})/100$;

f_r est le facteur de rendement de l'appareil, avec $f_r = \frac{m_{connu}}{m_{trouvé}}$.

9.5 Dosage des cyanures – Méthode titrimétrique avec indicateur

9.5.1 Domaine d'application

La méthode titrimétrique est applicable à des solutions absorbantes contenant entre 0.05 mg et 5 mg d'ions cyanures contenus dans la portion aliquote soumise au titrage; elle n'est toutefois pas applicable si la solution absorbante présente une coloration ou une turbidité significative.

9.5.2 Mode opératoire

Effectuer les opérations qui suivent sur les solutions de distillation préparées en 9.2.2, 9.2.3 et 9.2.4 et 9.3.

- Prélever 20 ml (V_2) du distillat (ou une aliquote en fonction de la concentration) que l'on introduit dans un jaugé de 50 ml.
- Ajouter 0.1 ml de solution indicateur (8.3.3).
- Mettre en route l'agitateur et effectuer un titrage avec la solution de nitrate d'argent (8.3.2) jusqu'à ce que la couleur vire du jaune au rouge. La couleur n'est stable que pendant une courte durée. Si la quantité nécessaire de solution de nitrate d'argent à 0.001 mol/l (8.3.2) dépasse 10ml, effectuer le titrage avec la solution de nitrate d'argent 0.01 mol/l(8.3.1).S'il est nécessaire d'utiliser plus de 10ml de solution de nitrate d'argent 0.01 mol/l (8.3.1), répéter en utilisant une portion aliquote dont le volume est inférieur.
- Prélever 20 ml de solution d'essai à blanc (9.3), les introduire dans un autre bécher en verre et procéder au titrage de manière identique.



9.5.3 Calcul des résultats

Calculer la teneur en cyanures, w_{CN} , exprimée en milligrammes par kilogramme, à l'aide de l'équation (2) :

$$\omega_{CN} = \frac{(V_a - V_b) \times f \times V_1 \times f_c}{V_2 \times m} \times f_r \quad (2)$$

w_{CN} est la teneur en cyanures, en milligramme, de l'échantillon de sol séché (105°C) conformément à la méthode S.I.3.;

V_a est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent à 0,001 mol/l (8.3.2) [ou dix fois le volume de solution de nitrate d'argent à 0,01 mol/l (5.3.1)] requis pour le titrage;

V_b est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent à 0,001 mol/l (8.3.2) requis pour l'essai à blanc;

f est un facteur égal à 52, c'est-à-dire la masse, en microgrammes, de l'ion cyanure équivalent à 1 ml de solution de nitrate d'argent à 0,001 mol/l;

V_1 est le volume, en millilitres, du distillat (valeur nominale: 50ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la portion aliquote de l'échantillon analysée (valeur nominale: 20ml);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai non séchée prélevée (valeur nominale: 10g);

f_c est le facteur de correction pour l'échantillon de sol sec, $f_c = (100 + \% \text{ d'eau})/100$;

f_r est le facteur de rendement de l'appareil, avec $f_r = \frac{m_{connu}}{m_{trouvé}}$.

10. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats du dosage;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

11. Sécurité et environnement

Les cyanures sont extrêmement dangereux par ingestion et par contact. De plus, en milieu acide les cyanures forment de l'acide cyanhydrique gazeux mortel. Toutes les précautions doivent donc être prises pour la manipulation des cyanures et le traitement des effluents contenant les réactifs et des composés cyanurés.



12. Référence

ISO 11262 : 2011 - Qualité du sol – Dosage des cyanures.

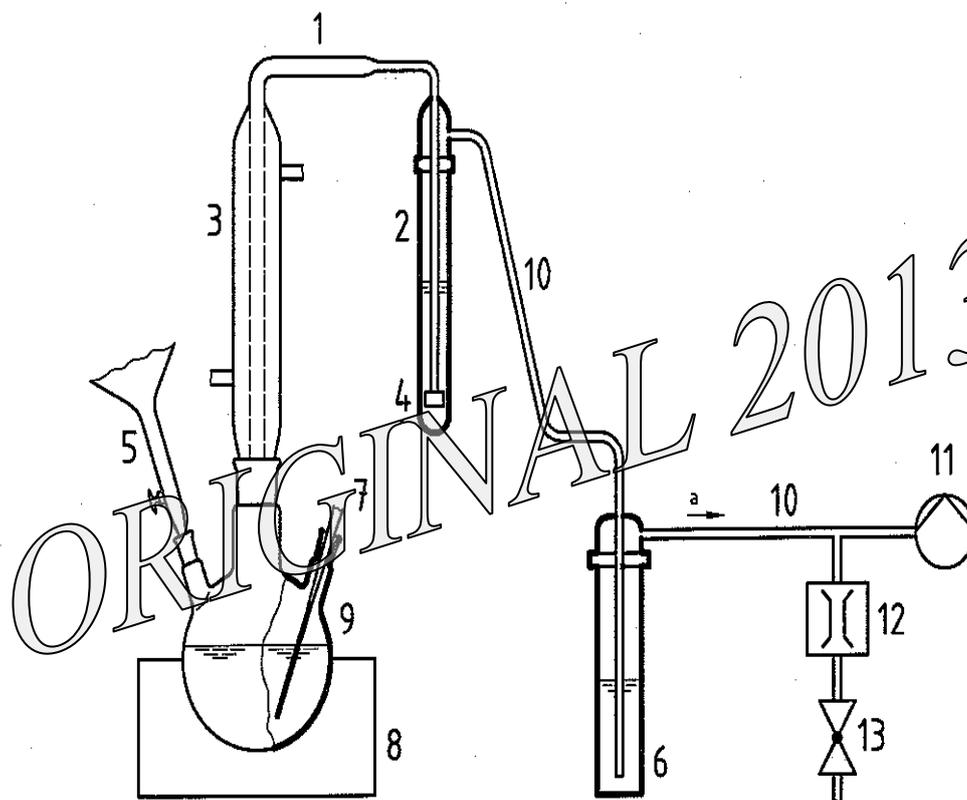
ISO 4793 : Filtres frittés de laboratoire – Echelle de porosité – Classification et désignation

ISO 9297 : Qualité de l'eau – Dosage des chlorures – Titration au nitrate d'argent avec du chromate comme indicateur (méthode de Mohr)

ORIGINAL 2014

13. Annexe

Figure 1 : Appareil de distillation des cyanures dans les sols



Légende

- | | | | |
|---|--------------------------------|----|---|
| 1 | tube de distillation | 8 | dispositif de chauffage |
| 2 | réceptif d'absorption | 9 | ballon à distiller à fond rond, de 500 ml de capacité et muni de 3 cols |
| 3 | réfrigérant à reflux de Liebig | 10 | tube en plastique |
| 4 | joint en verre fritté | 11 | pompe |
| 5 | ampoule à introduire | 12 | débitmètre |
| 6 | flacon de Drechsel | 13 | soupape de réglage fin |
| 7 | tube d'arrivée d'air | | |
| a | Direction du flux. | | |