

EAUX RESIDUAIRES DOSAGE DES CYANURES DISSOCIES ET TOTAUX (COLORIMETRIE)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant le dosage des cyanures dissociés dans les eaux résiduaires. Elle est valable pour des concentrations comprises entre 0,02 et 0,20 mg d'ion cyanure (CN⁻) par litre.

Pour le dosage des cyanures totaux se reporter au mode opératoire de la norme NF T 90-107 (l'annexe 1 donne le schéma simplifié de l'appareil permettant la distillation des cyanures totaux).

2.PRINCIPE

Le cyanure est oxydé en chlorure de cyanogène à l'aide de la chloramine T suivi de formation d'aldéhyde glutaconique par réaction sur la pyridine.

Le complexe bleu, obtenu en faisant réagir l'aldéhyde glutaconique avec la pyrazolone en présence de la bis-pyrazolone est photométré à 620 nm environ.

3.APPAREILLAGE

- Appareil à distiller (voir annexe 1).
- Matériel courant de laboratoire.

4.REACTIFS

4.1.SOLUTION TAMPON

pH 6,8

- phosphate monopotassique KH_2PO_4 : 9 g,
- phosphate disodique Na_2HPO_4 : 23,7 g,
- eau distillée complément à : 1000 ml.

4.2.SOLUTION AQUEUSE DE CHLORAMINE T

à 1 %.

4.3.PYRIDINE CHIMIQUEMENT PURE

4.4. 3-METHYL-1-PHENYL-2-PYRAZOLINE-5-ONE

(ou pyrazolone).

4.5.BIS-PYRAZOLONE CHIMIQUEMENT PURE

4.6.SOLUTION PYRIDINE-PYRAZOLONE

- Pyrazolone : 2 g.
- Bis-pyrazolone : 0,04 g.

- Pyridine complément à : 50 ml.

Ce réactif vire au rose au bout d'une journée. Il est conseillé de le préparer quotidiennement.

4.7.SOLUTION-MERE DE CYANURE DE POTASSIUM

à 1 g CN^-/l .

Peser 2,5 g de KCN. Dissoudre et amener à 1000 ml avec de l'eau distillée.

4.8.SOLUTION-FILLE DE CYANURE DE POTASSIUM

Prélever à la pipette 1 ml de la solution-mère. Compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée.

Cette solution est à préparer chaque jour.

1 ml --> 0,001 mg CN^-

5.CONSERVATION DES ECHANTILLONS

Si le dosage ne peut être effectué immédiatement après le prélèvement, il est conseillé d'amener les solutions à un pH de 11 par addition de soude et de les conserver si possible à basse température (4 °C) pendant le transport et le stockage.

Au moment du dosage, neutraliser la prise d'essai jusqu'à pH 6 au moyen d'acide chlorhydrique 1 N.

6.COURBE D'ETALONNAGE

Dans une série de fioles de 100 ml introduire successivement :

Numéro des fioles	Essai à blanc	1	2	3	4	5
Solution-fille étalon en ml	0	2	4	6	8	10
Correspondance en mg de CN^-	0	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010
Correspondance en mg/l de CN^- pour une prise d'essai de 50 ml	0	0,04	0,08	0,12	0,16	0,20
Eau distillée en ml	50	48	46	44	42	40
Solution tampon en ml	10	10	10	10	10	10
Chloramine T en ml	1	1	1	1	1	1

- Attendre 1 minute pour laisser agir la chloramine T.
- Ajouter 2 ml de pyridine - pyrazolone (4.6).
- Attendre le développement de la coloration bleue durant 20 minutes.
- Photométrer à 620 nm environ.