

ATMOSPHERES DES ATELIERS DOSAGE DE L'ACIDE CYANHYDRIQUE

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant la détermination de la teneur en acide cyanhydrique dans les atmosphères des ateliers.

La limite de détection de cette méthode est inférieure à 1 mg/m³ d'air.

2.PRINCIPE

On aspire un volume connu d'air à analyser dans un flacon absorbeur contenant une solution de soude. Il se forme du cyanure de sodium qui est transformé en bromure cyanhydrique par action du brome, celui-ci est greffé sur la para-toluidine en milieu pyridine et le composé coloré formé est dosé par spectrophotométrie UV.

3.APPAREILLAGE

3.1.POUR LES PRELEVEMENTS

(voir schéma 1 en annexe 1)

- 3 flacons absorbeurs de 250 ml avec tube d'admission muni d'une pastille frittée (voir schéma 2 en annexe 1).
- Pompe à membrane reciprotor A/S.
- Robinet à pointeau.
- Compteur à gaz.

3.2.POUR L'ANALYSE

- Spectrophotomètre UV, de longueur d'onde : 550 nm, muni de cuves à liquide de 2 cm de chemin optique.
- Fioles jaugées de 25 - 100 - 1000 ml.
- Burettes de 2 ml.
- Pipettes de 1 - 5 - 10 - 25 ml.

4.PRODUITS UTILISES

Les différents produits utilisés seront de qualité pour analyse.

4.1.EAU DISTILLEE

4.2.OXYDE ARSENIEUX

4.3.PYRIDINE

4.4.PARA-TOLUIDINE

4.5.CYANURE DE POTASSIUM

4.6.SOUDE NORMALE

4.7.ACIDE CHLORHYDRIQUE CONCENTRE ET ION

4.8.BROME

4.9.ACIDE ACETIQUE

5.SOLUTIONS UTILISEES

5.1.SOLUTION AQUEUSE A 2 % D'OXYDE ARSENIEUX

Préparer une solution aqueuse à 2 % (en poids) d'oxyde arsénieux (4.2). Pour obtenir une dissolution complète, un chauffage à reflux peut être nécessaire.

5.2.REACTIF PYRIDINE

Diluer 60 ml de pyridine (4.3) dans 40 ml d'eau (4.1), ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.7) agiter, puis refroidir.

5.3.REACTIF PARA-TOLUIDINE

Dissoudre 2 g de para-toluidine (4.4) dans 4 ml d'acide chlorhydrique ION (4.7) puis compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

5.4.MELANGE REACTIF PARA-TOLUIDINE PYRIDINE

Ce mélange sera composé de 5 ml de réactif para-toluidine (5.3) et de 25 ml de réactif pyridine (5.2). Il sera préparé avant chaque utilisation.

5.5.SOLUTION ETALON DE CYANURE DE POTASSIUM

ATMOSPHERES - DOSAGE ACIDE CYANHYDRIQUE	D70 5120	3/7
--	-----------------	------------

Dissoudre 0,24 g de cyanure de potassium (4.5) dans 1 litre de soude normale (4.6). Diluer 10 ml de cette solution dans 1 litre de soude normale. Cette solution correspond à 1 µg de HCN par ml.

5.6.EAU DE BROME

Dissoudre 5 g de brome (4.8) dans 100 ml d'eau distillée (4.1), agiter fortement.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.PRELEVEMENT

- Verser 10 ml de soude normale (4.6) dans chacun des trois flacons absorbeurs. Les monter en série et brancher le système de prélèvement suivant le schéma 1 en annexe 1.
- Faire passer 200 litres d'air à travers les flacons absorbeurs à un débit se situant à 1 l/min. Soit V ce volume.

6.2.PREPARATION DES ECHANTILLONS

- Pour chaque flacon absorbeur, prélever dans une fiole de 25 ml le contenu, rincer soigneusement à l'eau distillée (4.1), recueillir les eaux de lavage avec le contenu, ajuster au volume avec de l'eau. Diluer 1000 fois cette solution.
- Dans une fiole de 25 ml, introduire 1 ml de cette dernière solution, ajouter à l'aide d'une pipette (3.2.4) 1 ml d'acide acétique (4.9), 1 ml d'eau de brome (5.6) et 1 ml de solution d'oxyde arsénieux (5.1). Ces réactifs seront ajoutés en succession rapide et la solution sera agitée entre chaque addition.
- Compléter à 25 ml avec le mélange réactif para-toluidine pyridine (5.4). Laisser reposer le mélange durant 20 minutes avant de le doser.

6.3.ESSAI A BLANC

- Simultanément avec la préparation de l'échantillon à doser, préparer une solution à blanc en remplaçant le prélèvement par 10 ml de soude normale selon le mode opératoire défini au § 6.2.

6.4.ETALONNAGE

- Préparer dans des fioles de 25 ml des solutions étalons contenant respectivement 0,5 - 1 - 1,5 - 2 - 3 et 4 ml de cyanure de potassium (5.5). Diluer ces solutions à 10 ml environ avec la solution de soude normale (4.6), ajouter environ 5 ml d'eau et compléter la préparation des solutions étalons selon le mode opératoire décrit au § 6.2.

6.5.DOSAGE SPECTROPHOTOMETRIQUE

- Introduire l'essai à blanc dans la cuve de référence du spectrophotomètre et l'échantillon (ou étalon) dans la cuve de mesure.
- Mesurer l'absorption ou la transmission développée à 500 nanomètres.
- Tracer la courbe d'étalonnage absorptions/concentrations ou transmissions/concentrations en µg d'acide cyanhydrique (voir courbe en annexe 2).